

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica



TESIS DOCTORAL

Optimización de propiedades mecánicas de las aleaciones de aluminio Al-7%Si y Al 7075 mediante deformación plástica severa: procesamiento por fricción batida (FSP) y extrusión en canal angular constante (ECAP)

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR

PRESENTADA POR

Alberto Orozco Caballero

Directores

Fernando Carreño Gorostiaga
Óscar Antonio Ruano Mariño

Madrid, 2014

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
DEPARTAMENTO DE CIENCIA DE LOS MATERIALES E INGENIERÍA METALÚRGICA



**OPTIMIZACIÓN DE PROPIEDADES MECÁNICAS DE LAS
ALEACIONES DE ALUMINIO Al-7%Si Y Al 7075
MEDIANTE DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA:
PROCESADO POR FRICCIÓN BATIDA (FSP) Y
EXTRUSIÓN EN CANAL ANGULAR CONSTANTE (ECAP)**

Tesis Doctoral de:
ALBERTO OROZCO CABALLERO

Directores:
FERNANDO CARREÑO GOROSTIAGA
ÓSCAR ANTONIO RUANO MARIÑO



DEPARTAMENTO DE METALURGIA FÍSICA
CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACIONES METALÚRGICAS
CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS

Madrid, Julio de 2014

A mis padres

Agradecimientos

Hace ya cuatro años, en Octubre de 2010, que comencé una de las etapas más enriquecedoras de mi vida. El camino seguido ha estado lleno aprendizaje, experimentación, errores y aciertos, baches y recompensas... que marcan un antes y un después en la forma de afrontar nuevos retos. Pero lo mejor de recorrer este camino es que no lo haces solo. A toda esa gente que me ha acompañado quiero dedicarle estas líneas.

A mis directores de tesis, el Dr. Fernando Carreño y el Prof. Óscar Ruano, mis referentes en estos años, quiero agradecerles sus enseñanzas y todo el tiempo y esfuerzo dedicado. Al Dr. Fernando Carreño, además, quiero agradecerle la confianza depositada en mí desde el primer momento, cuando me propuso como candidato para la beca predoctoral.

Agradezco al CSIC por la beca JAE-Pre del 2010, cofinanciada por el Fondo Social Europeo. Asimismo al CENIM por la acogida para la realización de la tesis, a la unidad asociada CENIM-UPV por su colaboración y a los proyectos MAT2009-14452 (MICINN) y MAT2012-38962 (MINECO) por la financiación.

Al Prof. Terry R. McNelley le agradezco su cálida acogida en la *Naval Postgraduate School* de Monterey, CA y sus valiosos consejos y discusiones en mis primeros procesados por FSP. Allí también tuve la oportunidad de aprender la técnica EBSD con el Prof. Sarath K. Menon, experto microscopista y trabajador incansable. Y no puedo dejar de agradecer al Dr. Jeff Woertz por compartir las frustraciones de la preparación de las muestras y sobre todo los buenos ratos en el laboratorio.

Al Prof. Edgar Rauch del INPG Grenoble por su disposición para analizar mis muestras en su equipo ACOM-MET. Sin duda son unos datos muy valiosos para el análisis microestructural de la aleación Al 7075.

A la Dra. Pilar Rey y a David Verdera, de AIMEN, donde en las múltiples estancias se realizó el procesado por FSP de la aleación Al 7075. En especial mi agradecimiento a David por su paciencia y disposición durante las largas sesiones de procesado.

A todos los profesores del Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica por sus clases durante la carrera y el máster. En especial a la Prof. Pilar Hierro por ser la primera persona en mostrarme lo apasionante de la ciencia de materiales y al Prof. José María Gómez de Salazar por sus consejos, confianza y ayuda.

Gracias a todo el CENIM y a aquellos que me han facilitado la realización del trabajo. A Jesús Reales por su asistencia durante la realización de los ensayos de tracción. A David Pérez por su supervisión en el equipo de ultramicroindentación. A todo el personal del servicio de microscopía por ayudarme a desenvolverme en los microscopios. A la Prof. María A. Muñoz-Morris y al Dr. Gerardo Garcés por enseñarme los primeros pasos en el MET.

Unas gracias especiales a mis compañeras de despacho, Carmen y Paloma, dos personas que mostraron una generosidad infinita en mis primeros años de tesis y de las que nunca voy a dejar de aprender. Espero ser de igual ayuda a mi nueva compañera Marta.

A todos los compañeros y amigos con los que he coincidido durante estos años: Emilio, Kesman, Esther, Sandra Barriuso, Sandra Carolina, Sandra Cabeza, Maiquel, Amalia, Alex, Marcos... y a mis genias: Edu, Flopy, Judi y Elvi que las quiero con locura.

A la Fringe Division: Andrea y Laura por ser las amigas más frikis. No sé a vosotras, pero un cambio de universo no me vendría mal...

Gracias de corazón a mi gran amiga María, por demostrarme el verdadero valor de la amistad y... también hay que decirlo, por descubrir mis videojuegos mentales!

A mi gente de toda la vida: Javi, Dani, Luis, Fer, Jorge, Isma, Sereno, Jose, Paula, Lluvia... no os digo nada porque sois de llorar...y mejor hacerlo cuando os haya forzado a leeros la tesis entera! Muchas gracias a mi amiga Silvia, que desde que pisé el colegio por primera vez no ha habido quien nos separe.

Todo el mundo tiene una fuente de inspiración, alguien a quien admira. En mi caso, he tenido la inmensa suerte de que mi referente fuese además mi mejor amigo. Sabes que te tengo presente en todos los momentos de mi vida y que tu lucha y superación inspiran cada paso que doy. ¡Va por ti Jaime!

A Paula, que ha estado siempre a mi lado y es la persona que más me ha sufrido. Espero poder devolverte todo lo que me das. Sencillamente, eres la mejor. ¡Gracias!

Por último, a mi familia, a quien les debo todo lo que soy. A los mejores abuelos que se pueden tener. A Susana, mi hermana del alma, a la que hacer de rabiarse es todo un deporte de riesgo...Y a mis padres, que lo han dado todo por mí, que nunca me han dejado rendirme y que gracias a sus consejos he conseguido superar cada reto que me he propuesto en la vida.

ÍNDICE DE CONTENIDOS

Resumen	1
1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS.....	5
1.1. ALEACIONES DE ALUMINIO	5
1.1.1. Aleaciones del sistema Al-Si.....	8
1.1.2. Aleaciones del sistema Al-Zn-Mg-Cu. Serie 7xxx	10
1.2. MECANISMOS DE ENDURECIMIENTO	11
1.2.1. Endurecimiento por afino de grano	12
1.2.2. Endurecimiento por solución sólida.....	13
1.2.3. Endurecimiento por precipitación	14
1.2.4. Endurecimiento por constituyentes de segunda fase.....	15
1.2.5. Endurecimiento por deformación.....	16
1.3. DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA	17
1.3.1. HPT	17
1.3.2. ARB.....	18
1.3.3. ECAP.....	19
1.3.4. FSP	21
1.3.5. Evolución microestructural durante DPS	24
1.3.5.1. Afino de grano.....	24
1.3.5.2. Homogeneización de distribuciones de partículas	27
1.3.6. Aplicaciones de los materiales procesados por DPS.....	27
1.4. COMPORTAMIENTO A ALTA TEMPERATURA	28
1.4.1. Fluencia viscosa o newtoniana ($n=1$).....	30
1.4.1.1. Fluencia difusional	30
1.4.1.2. Harper-Dorn	30
1.4.2. Deslizamiento de fronteras de grano	30
1.4.3. Fluencia por movimiento de dislocaciones	31

1.4.3.1. "Solute drag" (n=3).....	32
1.4.3.2. Fluencia controlada por trepado (n=5)	33
1.5. TEXTURAS DE DEFORMACIÓN.....	34
1.6. ALEACIONES Al-7%Si Y Al 7075 EN DPS. ESTADO DEL ARTE	39
1.7. OBJETIVOS	40
1.7.1. Aleación Al-7%Si	41
1.7.2. Aleación Al 7075	41
1.8. APORTACIONES.....	42
2. MATERIAL Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	45
2.1. MATERIAL	45
2.1.1. Al-7%Si.....	45
2.1.2. Al 7075.....	45
2.2. PROCESADO	46
2.2.1. Procesado por extrusión en canal angular constante.....	46
2.2.2. Procesado por fricción batida de la aleación Al-7%Si.....	49
2.2.3. Procesado por fricción batida de la aleación Al 7075.....	50
2.3. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL.....	55
2.3.1. Elección de la muestra.....	55
2.3.1.1. Probetas procesadas por ECAP	55
2.3.1.2. Probetas procesadas por FSP en la aleación Al-7%Si.....	56
2.3.1.3. Probetas procesadas por FSP en la aleación Al 7075.....	56
2.3.1.4. Probetas ensayadas a tracción	57
2.3.2. Microscopía óptica	58
2.3.3. Microscopía electrónica de barrido	58
2.3.4. Difracción de electrones retrodispersados.....	59
2.3.5. Microscopía electrónica de transmisión	61
2.3.6. Técnica ACOM-MET	62
2.4. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA	64

2.4.1. Ultramicroindentación instrumentada	64
2.4.2. Tratamiento de las curvas de ultramicroindentación.....	65
2.4.3. Ensayos de tracción uniaxial	66
2.4.4. Tratamiento de las curvas de tracción	68
3. ALEACIÓN Al-7%Si.....	73
3.1. PROCESADO DE LA ALEACIÓN Al-7%Si	73
3.1.1. Procesado por ECAP	73
3.1.2. Procesado por FSP	75
3.2. RESULTADOS	75
3.2.1. Microscopía óptica	75
3.2.1.1. Material de partida.....	75
3.2.1.2. Material procesado por ECAP	76
3.2.1.3. Material procesado por FSP	77
3.2.2. Microscopía electrónica de barrido	78
3.2.2.1. Material de partida.....	78
3.2.2.2. Material procesado por ECAP.....	79
3.2.2.3. Material procesado por FSP	82
3.2.3. Difracción de electrones retrodispersados (EBSD).....	84
3.2.3.1. Material procesado por ECAP.....	85
3.2.3.2. Material procesado por FSP	87
3.2.3.3. Material procesado por ECAP y ensayado a tracción a 400 °C	88
3.2.3.4. Material procesado por FSP y ensayado a tracción a 400 °C	91
3.2.4. Propiedades mecánicas. Ensayos de tracción a intermedias y altas temperaturas	92
3.2.4.1. Ensayos de tracción a velocidad de travesaño constante.....	92
3.2.4.1.1. Material de partida.....	92
3.2.4.1.2. Material procesado por ECAP	93
3.2.4.1.3. Material procesado por FSP	95

3.2.4.2. Ensayos con cambios en la velocidad de deformación	96
3.2.4.2.1. Material de partida.....	97
3.2.4.2.2. Material procesado por ECAP	98
3.2.4.2.3. Material procesado por FSP	100
3.3. DISCUSIÓN Al-7% Si.....	102
3.3.1. Procesado de la aleación Al-7% Si	102
3.3.1.1. Procesado por ECAP	102
3.3.1.2. Procesado por FSP.....	103
3.3.2. Microestructura	104
3.3.2.1. Morfología y distribución del eutéctico	104
3.3.2.2. Precipitación inducida por la deformación y tamaño de grano	105
3.3.2.3. Microtextura y desorientación	107
3.3.2.4. Microestructura tras los ensayos a alta temperatura.....	108
3.3.3. Propiedades mecánicas.....	109
3.3.3.1. Mecanismos de deformación.....	110
3.3.3.1.1. Mecanismos de deformación del material de partida	111
3.3.3.1.2. Material procesado por ECAP	114
3.3.3.1.3. Material procesado por FSP	115
3.3.3.1.4. Causas de la ausencia de superplasticidad.....	117
3.3.3.2. Influencia de los precipitados de Si en las prop. mecánicas.....	118
3.4. CONCLUSIONES DE LA ALEACIÓN Al-7% Si.....	124
4. ALEACIÓN Al 7075.....	129
4.1. RESULTADOS DE LA ALEACIÓN Al 7075	129
4.1.1. Aspectos del procesado por FSP	129
4.1.2. Microestructura	133
4.1.2.1. Microestructura de los materiales de partida.....	133
4.1.2.2. Microestructura del material procesado por FSP	135
4.1.2.2.1. Microscopía óptica	135

4.1.2.2.2. Microscopía electrónica de transmisión	136
4.1.2.2.3. Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)	146
4.1.2.2.4. Técnica ACOM-MET	149
4.1.2.2.5. MEB de probetas ensayadas en tracción a alta temperatura.....	150
4.1.3. Propiedades mecánicas.....	166
4.1.3.1. Ultramicroindentación	166
4.1.3.2. Ensayos de tracción a intermedias y altas temperaturas.....	168
4.1.3.2.1. Material de partida.....	168
4.1.3.2.1.1. Ensayos a velocidad de travesaño constante	168
4.1.3.2.1.2. Ensayos con cambios en la velocidad de deformación.....	171
4.1.3.2.2. Material procesado por FSP	172
4.1.3.2.2.1. Ensayos a velocidad de travesaño constante	172
4.1.3.2.2.2. Ensayos con cambios en la velocidad de deformación.....	180
4.2. DISCUSIÓN DE LA ALEACIÓN Al 7075.....	189
4.2.1. Aspecto macroscópico del procesado por FSP	189
4.2.2. Microestructura	190
4.2.2.1. Influencia de los precipitados	190
4.2.2.2. Tamaño de (sub)grano y desorientación	195
4.2.2.3. Aleatorización y textura	203
4.2.3. Propiedades mecánicas a intermedias y altas temperaturas.	
Determinación de los mecanismos de deformación	204
4.2.3.1. Mecanismos de deformación del material de partida	205
4.2.3.2. Mecanismos de deformación del material procesado por FSP.....	206
4.2.4. Validez del IC como parámetro de procesado por FSP en la	
determinación de la microestructura y las propiedades mecánicas	226
4.3. CONCLUSIONES DE LA ALEACIÓN Al 7075.....	230

5. CONCLUSIONES GENERALES	237
6. TRABAJOS FUTUROS.....	241
7. BIBLIOGRAFÍA	245
8. ÍNDICE DE FIGURAS	257
9. ÍNDICE DE TABLAS.....	273
10. ABSTRACT	279
 DATOS DE CONTACTO E ID DE AUTOR.....	 285

Resumen

En los últimos años se están realizando avances en las técnicas de deformación plástica severa, como la extrusión en canal angular constante (ECAP) y el procesado por fricción batida (FSP), capaces de generar microestructuras ultrafinas ($< 1 \mu\text{m}$) en materiales metálicos mejorando notablemente sus propiedades mecánicas.

En la presente investigación se ha sometido a dos aleaciones de aluminio a sendos procesados por deformación plástica severa. Por un lado, la aleación de colada Al-7% Si fue procesada mediante ECAP y FSP con el fin de comparar la mejora de propiedades mecánicas obtenidas mediante cada procesado. El estudio de la microestructura mediante microscopía óptica, electrónica y difracción de electrones retrodispersados (EBSD) reveló un tamaño de grano ultrafino ($0,2 - 1 \mu\text{m}$) tras los procesados favorecido por una fina precipitación de Si retenido en la colada inicial. Asimismo, la caracterización mecánica a temperaturas intermedias y altas ($200 - 450 \text{ }^{\circ}\text{C}$) en un amplio intervalo de velocidades de deformación ($10^{-1} - 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) reveló una resistencia, ductilidad y tenacidad muy superiores a las del material de partida. Además, el mecanismo de deformación operativo fue el de movimiento de dislocaciones a subestructura constante. La influencia de la evolución microestructural en el comportamiento mecánico de la aleación se describe en profundidad.

Por otro lado, la aleación aeronáutica Al 7075 fue procesada mediante FSP con el objetivo de obtener la máxima respuesta superplástica a menores temperaturas y mayores velocidades de deformación de lo habitual, buscando la mayor severidad posible para afinar al máximo la microestructura. La aleación se procesó en tres estados de precipitación inicial utilizando distintas combinaciones de velocidad de rotación y avance y dos tipos de soporte con distinta velocidad de extracción de calor. La caracterización microestructural mediante MET, EBSD y ACOM-MET reveló un gran afino de grano alcanzando tamaños de $\sim 215 \text{ nm}$ y desorientaciones $> 30^{\circ}$. La caracterización mecánica reveló, gracias al gran afino conseguido, la operación del mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano, responsable del comportamiento superplástico. Además, el material procesado por FSP exhibió ductilidades por encima del 200 % a una elevada velocidad de deformación (10^{-2} s^{-1}) en el rango de temperaturas $250 - 400 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Estos resultados son de elevado interés industrial pues permiten la realización de un conformado superplástico en la aleación Al 7075 procesada por FSP en condiciones mucho más favorables.

1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

1.1. ALEACIONES DE ALUMINIO

El aluminio es un elemento metálico que ocupa el tercer puesto en abundancia en la corteza terrestre [1]. Sin embargo, en la naturaleza no se encuentra como metal puro, sino formando parte de compuestos de mayor estabilidad. Estos compuestos se encuentran presentes en la corteza terrestre, principalmente en rocas y minerales. La principal mena de aluminio es la bauxita, roca sedimentaria compuesta principalmente por alúmina (Al_2O_3). Toda la producción de aluminio primario se realiza mediante el proceso Hall-Heroult, basado en la reducción electrolítica de la alúmina. Previamente la alúmina ha sido extraída de la bauxita utilizando el proceso Bayer, mediante disolución en hidróxido sódico. Los datos de producción a nivel mundial por regiones de aluminio primario se muestran en la Figura 1.1, donde América del Norte, China y Europa destacan como los principales productores desde que existen registros (1973). En la Figura 1.2 se muestra la producción de aluminio primario por regiones para cada mes desde Abril de 1973. En esta figura destaca el gran ascenso en la producción que presenta China desde el año 2000, convirtiéndose en el primer productor a nivel mundial en la actualidad [2].

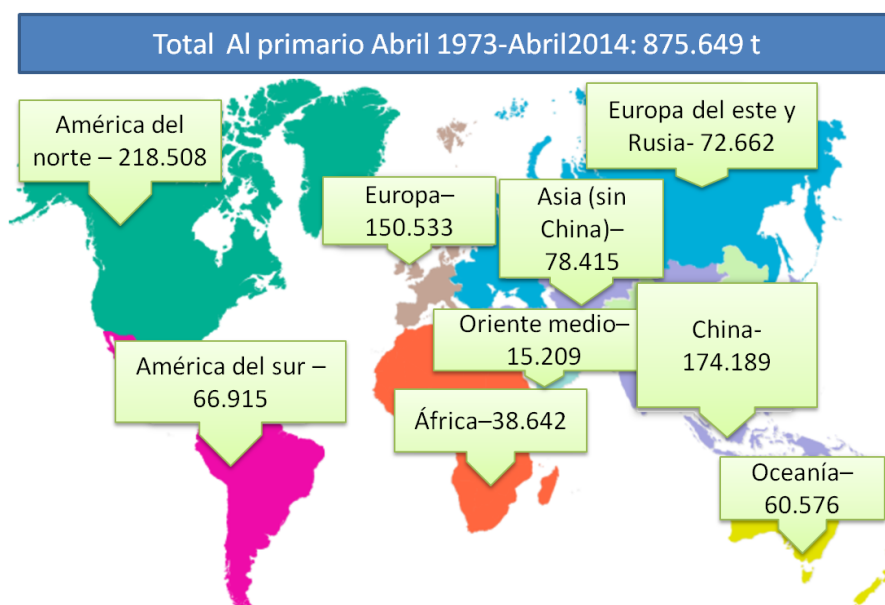


Figura 1.1. Producción total de aluminio primario por regiones (miles de toneladas) en el periodo Abril 1973-Abril 2014.

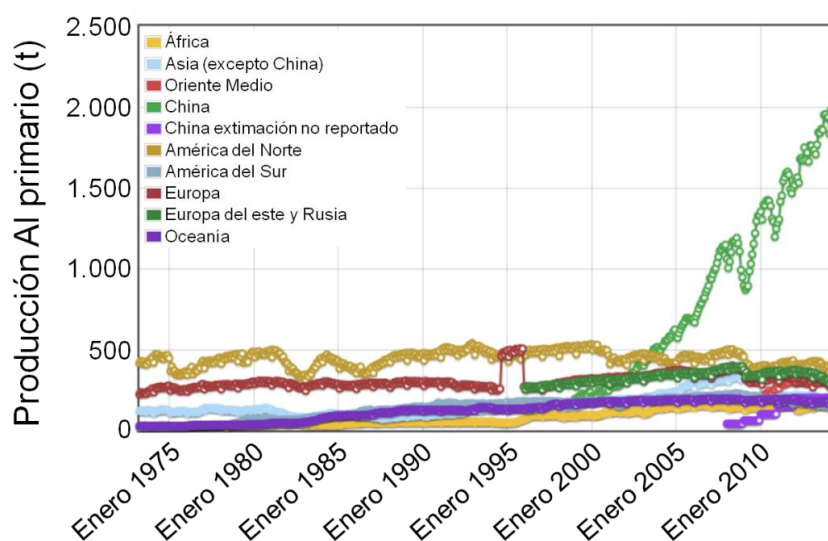


Figura 1.2. Producción mensual de aluminio primario por regiones en el periodo Abril 1973-Abril 2014.

El aluminio posee una serie de propiedades físicas y químicas muy atractivas [3]: baja densidad ($\sim 2.7 \text{ g/cm}^3$, aproximadamente un tercio de la del acero, cobre o latón), elevada resistencia a la corrosión, elevada conductividad eléctrica y térmica y elevada resistencia mecánica de muchas de sus aleaciones. Además, es relativamente barato, se mecaniza con facilidad, presenta una larga vida útil, sus costes de reciclado son bajos y no es tóxico. Aparte de estas atractivas características, un aspecto muy interesante del aluminio es su enorme versatilidad, debido al amplio rango de propiedades físicas y mecánicas que se obtienen en sus múltiples sistemas de aleación. Así, más de 300 aleaciones son utilizadas comúnmente y muchas otras variaciones han sido desarrolladas para usos específicos. Este hecho hace que el aluminio y sus aleaciones sean empleados en un gran abanico de aplicaciones, sobre todo en el sector del transporte: motores, bombas, pistones, ruedas, bielas, válvulas, marcos y acabados, parachoques, compuertas, elementos de carrocería, radiadores, etc. Así mismo se encuentra bien establecido en el sector de la construcción, la electrónica, el sector doméstico, ocio y deportes...

Las aleaciones de aluminio se clasifican primeramente en dos grandes grupos según el método más conveniente para su obtención: aleaciones de colada y aleaciones de forja. Adicionalmente, ambos grupos se subdividen en series, en función de cuáles sean los aleantes principales (Tablas 1.1 y 1.2). Por último, dentro del grupo de las aleaciones de aluminio de forja se puede realizar otra subdivisión clara: las aleaciones

no tratables térmicamente y las aleaciones tratables térmicamente. Las primeras endurecen principalmente por deformación, mientras que las segundas lo hacen por precipitación.

Las aleaciones de colada se identifican mediante un sistema de cuatro dígitos. El primer dígito indica el aleante mayoritario o la serie a la que pertenece, los dos siguientes indican los aleantes minoritarios y el último, separado por un punto, indica la forma en que se encuentra el producto. Por su parte, las aleaciones de forja también se identifican mediante un sistema de cuatro dígitos. El primero hace referencia al aleante mayoritario o a la serie a la que pertenece y los siguientes a los aleantes minoritarios. Finalmente, tanto en el caso de las aleaciones de forja, como en el de las aleaciones de colada, el estado de la aleación se determina con un sufijo que se separa de la designación de la aleación con un guión. La nomenclatura empleada para el estado de la aleación, resumida en la Tabla 1.3, consta de una letra mayúscula, que indica el estado básico de la aleación, y de un número, que especifica el método empleado para alcanzar dicho estado [3].

Tabla 1.1. Familias de aleaciones de aluminio de colada.

Serie	Principales aleantes
1xx.x	puro
2xx.x	Cu
3xx.x	Si con adiciones de Cu y/o Mg
4xx.x	Si
5xx.x	Mg
6xx.x	no utilizada
7xx.x	Zn con adiciones de Cu y/o Mg
8xx.x	Sn
9xx.x	no utilizada

Tabla 1.2. Familias de aleaciones de aluminio de forja.

Serie	Principales aleantes
1xxx	puro
2xxx	Cu con adiciones de Mg
3xxx	Mn
4xxx	Si
5xxx	Mg
6xxx	Mg+Si
7xxx	Zn con adiciones de Mg y/o Cu
8xxx	Otros. Sn y Li
9xxx	Reservada para el futuro

Tabla 1.3. Designación del estado de aleaciones de aluminio.

Letra	Número
F (estado de fabricación)	
O (recocida)	1 -recocido a alta temperatura y enfriamiento lento 2 -tratamiento termomecánico 3 -homogeneizado
H (endurecida por deformación)	1 -deformación en frío 2 -deformación en frío + recocido parcial 3 -deformación en frío + estabilización
T (endurecida por precipitación)	1 -solubilización parcial + envejecimiento natural 2 -solubilización parcial + deformación en frío + +envejecimiento natural 3 -solubilización total + deformación en frío + envejecimiento natural 4 -solubilización total + envejecimiento natural 5 -solubilización parcial + envejecimiento artificial 6 -solubilización total + envejecimiento artificial (hasta el máximo de dureza) 7 -solubilización total + estabilización 8 -solubilización total + deformación en frío + envejecimiento artificial 9 -solubilización total + envejecimiento artificial + deformación en frío 10 -solubilización parcial + deformación en frío + +envejecimiento artificial
W (solubilizada)	

1.1.1. Aleaciones del sistema Al-Si

Las aleaciones de colada del sistema Al-Si son ampliamente utilizadas en la industria aeroespacial y del transporte. Esta familia de aleaciones posee un gran abanico de aplicaciones en la industria debido a su económico procesado, el cual es resultado principalmente de su buena colabilidad debida a la presencia de Si. Además poseen una resistencia moderada a temperatura ambiente, estabilidad a elevada temperatura y una buena resistencia al desgaste [4]. El punto débil de las aleaciones de Al-Si recae en su escasa ductilidad y resistencia. El sistema de aleación Al-Si está caracterizado por la presencia de una reacción eutéctica, mostrada en el diagrama de fases de la Figura 1.3. Esta reacción hace que dentro del sistema de aleación se tengan tres grupos en función

de la composición: hipoeutécticas ($\%Si < 12,2$), eutécticas ($\%Si = 12,2$) e hipereutécticas ($\%Si > 12,2$). Una aleación hipoeutéctica, como la Al-7%Si, estará formada por un microconstituyente primario consistente en una solución sólida de Si en Al con morfología dendrítica y un microconstituyente de composición eutéctica situado en el espacio interdendrítico.

La influencia de los parámetros microestructurales tales como el tamaño de las dendritas y la forma y tamaño de las partículas sobre las propiedades mecánicas ha sido ampliamente estudiada [5, 6]. Se han propuesto distintas soluciones para controlar dichos parámetros y mejorar las propiedades mecánicas, como variaciones en la velocidad de solidificación [7, 8], adiciones de elementos modificadores de la microestructura [9] y diversos tratamientos térmicos [10]. Varios estudios han introducido la deformación plástica severa (DPS) para el procesado de estas aleaciones, mostrando que la homogeneización y afino de la microestructura conducen a una notable mejora de las propiedades mecánicas de este sistema de aleación [11-13].

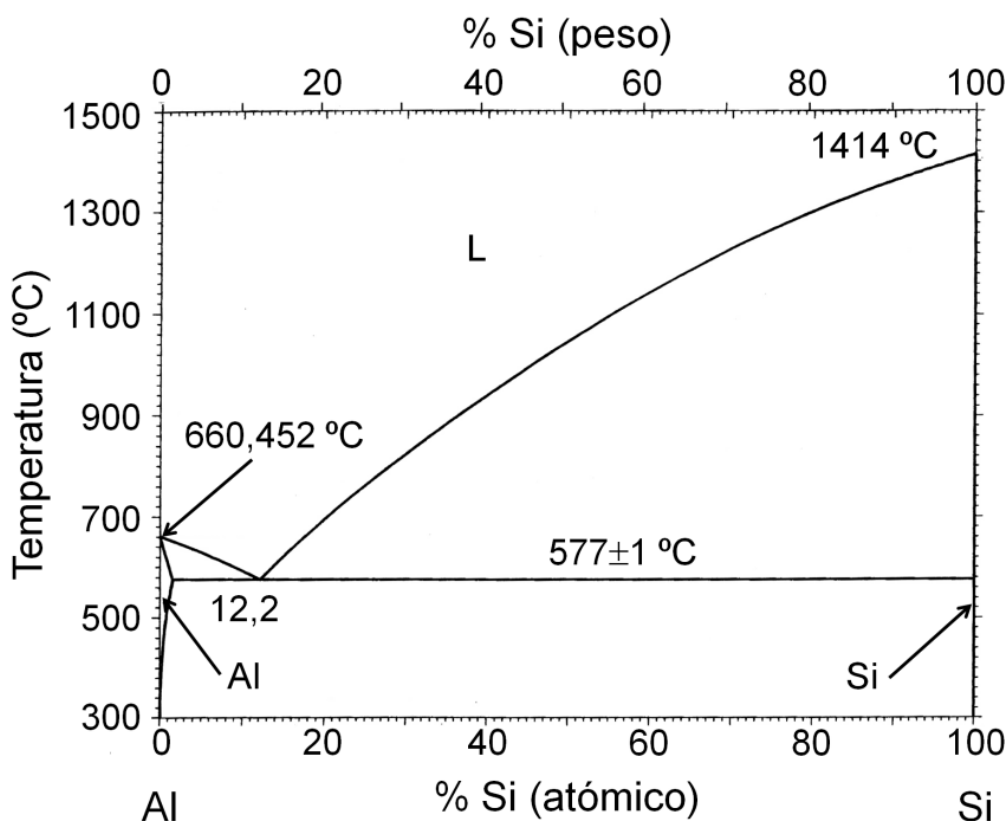


Figura 1.3. Diagrama de fases de equilibrio del sistema Al-Si.

1.1.2. Aleaciones del sistema Al-Zn-Mg-Cu. Serie 7xxx

Las aleaciones de aluminio de la serie 7xxx contienen como aleante principal el Zn en el rango composicional 1-8% en peso, que en combinación con menores porcentajes de Mg, hacen que estas aleaciones sean tratables térmicamente. Normalmente se añade también Cu, así como pequeñas cantidades de Cr, Si, Fe y Mn [3]. Éstas son las aleaciones de aluminio con la máxima capacidad de endurecimiento por precipitación y las más resistentes. Las aleaciones de la serie 7xxx son usadas frecuentemente en aplicaciones estructurales donde conviene aprovechar su alta relación resistencia-densidad, siendo su principal nicho las estructuras aeronáuticas [14-15]. Su resistencia y ligereza las hacen también atractivas para otras aplicaciones estructurales como el modelismo, componentes de bicicletas, etc. Estas aleaciones se fabrican en varios estados, siendo el más común el estado T6, que aporta la combinación óptima de resistencia, ductilidad y tenacidad [15, 16].

Las aleaciones del sistema Al-Zn-Mg-Cu, como la aleación Al 7075, presentan dos inconvenientes: no son soldables y poseen una elevada susceptibilidad a la rotura por corrosión bajo tensión. El primer inconveniente se subsana mediante el empleo de sistemas de unión alternativos, como el remachado o la soldadura por fricción batida (FSW) [17-22]. El último se puede reducir mediante el empleo de recubrimientos protectores, la aplicación de ciertos tratamientos térmicos o con adiciones de Cr [23].

Las excepcionales propiedades de las aleaciones de la serie 7xxx están determinadas principalmente por las partículas, los elementos en solución sólida, la estructura de grano y las dislocaciones. Estas aleaciones contienen tres tipos de partículas [24]:

1. Partículas constituyentes: su rango de tamaño es amplio (1-30 μm) y se forman a partir del Fe y el Si presentes en la aleación como impurezas. Son resistentes a la disolución, presentan morfología irregular y son perjudiciales para la mayoría de las propiedades mecánicas de la aleación. Entre ellas, se pueden encontrar las siguientes fases: $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, $(\text{Al,Cu})_6(\text{Fe,Cu})$, Mg_2Si , $\alpha\text{-Al}_{12}\text{Fe}_3\text{Si}$, SiO_2 amorfo, Al_6Fe y $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$.

2. Dispersoides: su tamaño se encuentra en torno a $0,5\ \mu\text{m}$ y se forman durante la solidificación de la aleación o durante el tratamiento térmico de la misma. En general son solubles sólo en el líquido. Por su distribución y fracción en volumen juegan un papel esencial en la fijación de las fronteras. Entre ellas, destacan las fases $\text{Al}_{12}\text{Mg}_2\text{Cr}$ y $\text{Al}_{18}\text{Mg}_3\text{Cr}_2$ (fase E).
3. Precipitados endurecedores: presentan un tamaño por debajo de $0,1\ \mu\text{m}$ y se forman por descomposición de una solución sólida sobresaturada durante un tratamiento de envejecimiento. Son los responsables de la resistencia excepcionalmente alta de estas aleaciones. En las aleaciones con relaciones Zn:Mg entre 1:2 y 1:3, como la aleación Al 7075, se forman precipitados MgZn_2 (fase η) cuando la temperatura de envejecimiento es inferior a 200°C y la fase $\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$ (fase T) a mayores temperaturas. Además, la fase CuMgAl_2 también precipita para aquellas aleaciones con más de 1% de Cu, como la aleación Al 7075.

A comienzos del siglo XX la búsqueda de reducción de peso en la evolución de la industria aeronáutica llevó al desarrollo de la aleación Al 7075, fabricada por primera vez en 1936 por la empresa japonesa Sumitomo Metal. La aleación Al 7075 está basada en el sistema Al-Zn-Mg-Cu y su composición en peso incluye 5,1-6,1% Zn, 2,1-2,9% Mg, 1,2-2% Cu y $< 0,5\%$ Si, Fe, Mn, Ti y Cr. Desde entonces, la demanda de esta industria ha llevado al desarrollo de otras muchas aleaciones de la serie 7xxx con mejores propiedades, como se muestra en la Figura 1.4. No obstante, la aleación Al 7075 sigue siendo, por su combinación de elevada resistencia, tenacidad y resistencia a la corrosión moderadas, una de las aleaciones de referencia en la industria aeroespacial.

1.2. MECANISMOS DE ENDURECIMIENTO

La capacidad de un metal para deformarse plásticamente depende de la capacidad que tengan las dislocaciones para moverse. Así, la resistencia mecánica se puede aumentar reduciendo la movilidad de las dislocaciones, de tal manera que se requiere de una mayor tensión para deformar un material endurecido que uno que no lo está. Todas las técnicas de endurecimiento están basadas en este principio. A continuación se describen los principales mecanismos de endurecimiento, haciendo mención donde corresponda al caso particular de las aleaciones de aluminio.

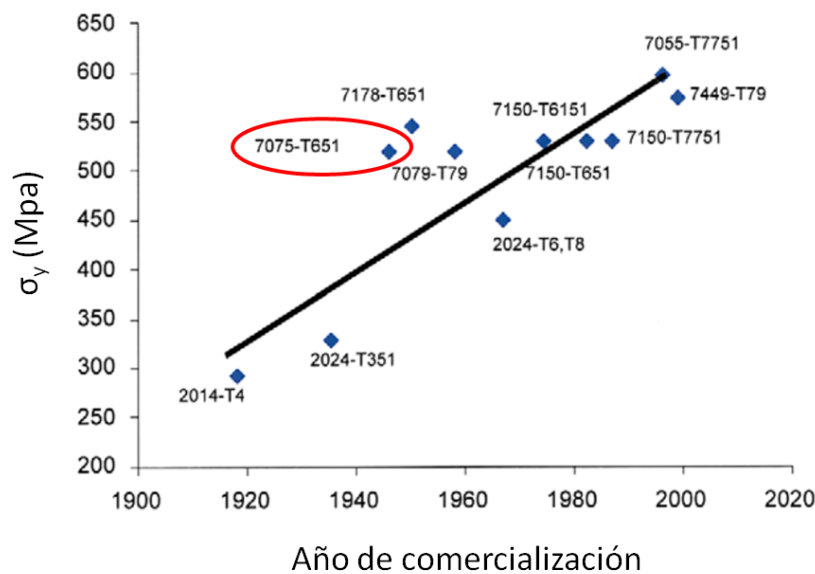


Figura 1.4. Representación de la evolución del límite elástico con el año de comercialización de nuevas aleaciones de aluminio de aplicación aeroespacial [25].

1.2.1. Endurecimiento por afino de grano

El endurecimiento por afino de grano consiste en un aumento de dureza y resistencia a medida que se disminuye el tamaño de grano. Esto es debido a que aumenta la fracción en volumen de fronteras de grano, que son barreras que dificultan el movimiento de las dislocaciones [26-28]. En la Figura 1.5 se esquematiza el apilamiento de dislocaciones en frontera de grano, ya que no pueden atravesarla. Esto es debido a que los dos granos tienen orientaciones cristalográficas distintas entre sí, por lo que la dislocación tendría que cambiar la dirección de movimiento para pasar de uno a otro. Sin embargo, el desorden atómico en la frontera de grano produce una discontinuidad de los planos de deslizamiento entre ambos granos, imposibilitando el paso de la dislocación. Así, al acumularse las dislocaciones, presionan las fronteras de grano y provocan la activación de los sistemas de deslizamiento de granos adyacentes. Cuando el grano es fino hay que aplicar una mayor tensión para inducir la deformación en los granos vecinos que en el caso de granos más groseros. En general, el endurecimiento por afino de grano se relaciona con el tamaño de grano mediante una expresión del tipo:

$$\sigma_{0,2} = \sigma_0 + kL^{-m} \quad [1.1]$$

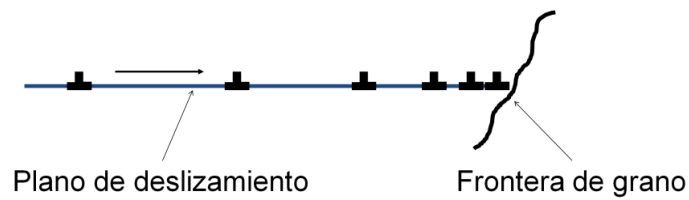


Figura 1.5. Apilamiento de dislocaciones en frontera de grano

donde $\sigma_{0,2}$ es el límite elástico, σ_0 es la resistencia intrínseca de la matriz al movimiento de las dislocaciones, k es una constante y m es un exponente que, generalmente, toma el valor $1/2$ para materiales de grano micrométrico en adelante, denominándose la Ecuación 1.1 relación de Hall-Petch [26, 27]. El valor de m puede subir hasta 1 para tamaños de grano en el orden de unos pocos nanómetros.

1.2.2. Endurecimiento por solución sólida

El endurecimiento por solución sólida es el fenómeno por el cual un material se vuelve más duro y resistente a medida que aumenta la presencia de soluto disuelto en la matriz. Esto es debido a que los átomos de soluto sustituyen a los átomos de solvente en sus posiciones de red, generando distorsiones elásticas, tal como se muestra en la Figura 1.6. Esta distorsión dificulta el movimiento de las dislocaciones, provocando un aumento de la resistencia del material, especialmente cuanto mayor es la diferencia de tamaño entre los átomos de solvente y los de soluto [29].

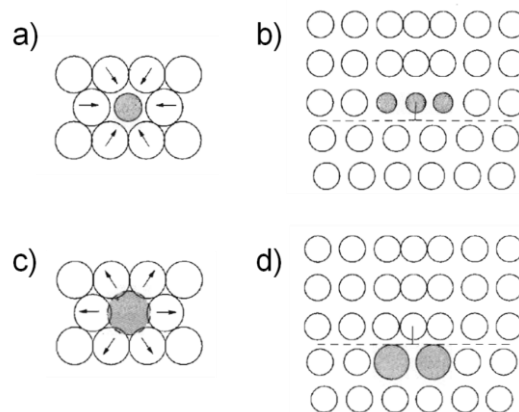


Figura 1.6. Distorsión causada en la matriz por (a) un átomo de soluto de menor tamaño que los átomos de solvente y (b) su posible localización en el núcleo de una dislocación en arista. En (c) se muestra la distorsión causada en la matriz por un átomo de soluto de mayor tamaño que los átomos de solvente y (b) su posible localización en el núcleo de una dislocación en arista.

1.2.3. Endurecimiento por precipitación

El endurecimiento por precipitación es el fenómeno por el cual una adecuada distribución de precipitados hace que un material se vuelva más duro y resistente. En aleaciones tratables térmicamente, para que se produzca este fenómeno se debe aplicar en la aleación la siguiente secuencia de etapas, esquematizadas en la Figura 1.7 [30]:

1. Disolución en la matriz de los precipitados de la aleación a la máxima temperatura posible sin que se produzca fusión (solubilización).
2. Enfriamiento rápido de la aleación para obtener una solución sobresaturada de solutos y de vacantes en la matriz (temple).
3. Precipitación, en uno o varios pasos, de la solución sólida sobresaturada a temperatura ambiente (envejecimiento natural) o a temperaturas intermedias entre la ambiente y la de solubilización (envejecimiento artificial).

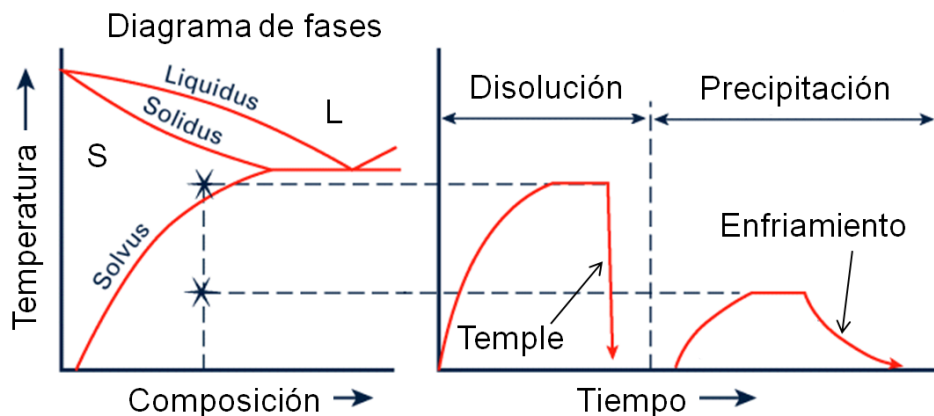


Figura 1.7. Esquema de las etapas del tratamiento térmico de envejecimiento artificial y la localización en el diagrama de fases para cada etapa.

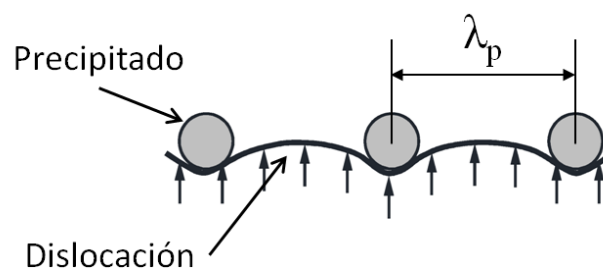


Figura 1.8. Interacción entre una dislocación y una dispersión fina de precipitados.

El envejecimiento conduce a una dispersión fina y homogénea de pequeñas partículas que tiene la capacidad de fijar las dislocaciones, tal como se esquematiza en la Figura 1.8. Esto provoca un aumento de la resistencia del material, ya que hay que aplicar una carga mayor para mover las dislocaciones [31].

Sin embargo, un exceso en el tiempo de envejecimiento hace que disminuya la resistencia del material, produciéndose un sobre-envejecimiento. Esto es debido a que por encima de una cierta distancia entre partículas, λ_p , la capacidad de las mismas para fijar las dislocaciones disminuye. En la Figura 1.9 se muestra la influencia que el tiempo de envejecimiento tiene sobre la resistencia de un material. Para aleaciones de aluminio endurecibles por precipitación, como la Al 7075, se observa un estado de máxima resistencia, denominado T6.

1.2.4. Endurecimiento por constituyentes de segunda fase

En general, los constituyentes de segunda fase en las aleaciones de aluminio son los denominados dispersoides, formados principalmente por combinación del Al con los elementos aleantes. Estos compuestos se forman durante la solidificación del material o por precipitación durante el tratamiento térmico del mismo y presentan una solubilidad relativamente baja a elevada temperatura [24]. Los constituyentes de segunda fase pueden contribuir a endurecer la aleación mediante la limitación del movimiento de las dislocaciones. Sin embargo, debido a que usualmente presentan una distribución muy espaciada, no causan un endurecimiento por precipitación apreciable. De hecho, su verdadera finalidad es, como muestra la Figura 1.10, retrasar o inhibir el crecimiento de grano y la recrystalización discontinua en la aleación.

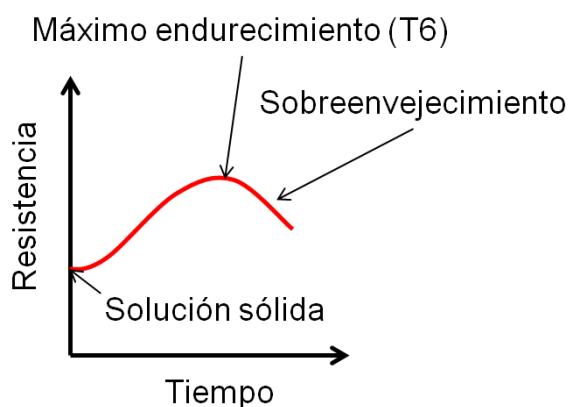


Figura 1.9. Evolución de la resistencia de un material endurecible por precipitación con el tiempo de envejecimiento.

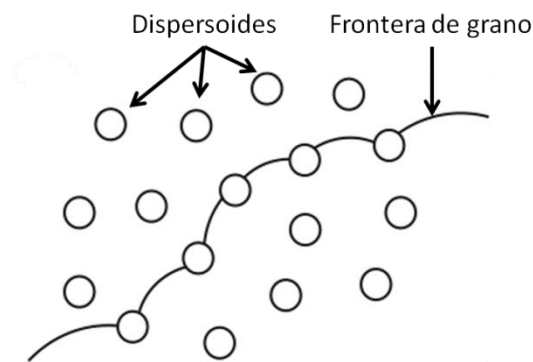


Figura 1.10. Interacción entre una distribución de partículas de segunda fase y una frontera de grano.

1.2.5. Endurecimiento por deformación

El endurecimiento por deformación es el fenómeno por el cual un material dúctil se vuelve más duro y resistente a medida que es deformado plásticamente. Esto es debido al aumento de la densidad de dislocaciones en el material durante la deformación, de tal forma que el movimiento de las mismas se ve dificultado debido a la interacción entre ellas [31]. En la Figura 1.11 se compara la influencia del endurecimiento por deformación en la curva tensión-deformación de un material. Se observa que un material sin endurecimiento por deformación presentaría, una vez superado el límite elástico (σ_y), una zona plástica totalmente horizontal. Sin embargo, en un material real, una vez superado σ_y , la tensión sigue aumentando.

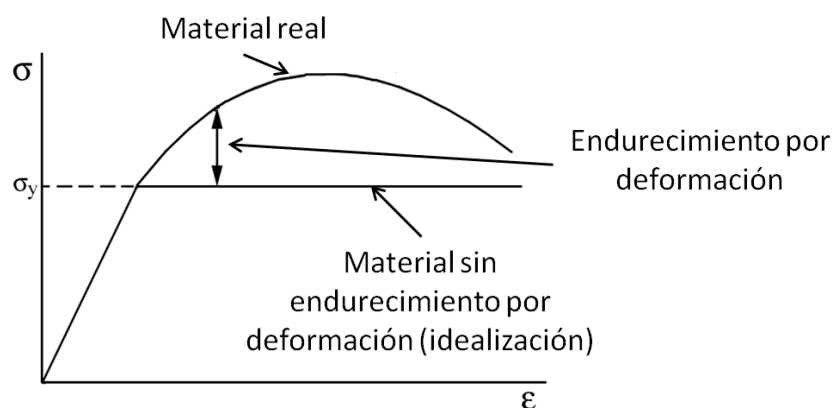


Figura 1.11. Curva tensión-deformación (σ - ϵ) de un material real y de un material idealizado (sin endurecimiento).

1.3. DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA

El término deformación plástica severa (DPS) agrupa una serie de técnicas de procesamiento de metales que implican la imposición de enormes deformaciones plásticas sin variar, en principio, las dimensiones de la muestra procesada. La conservación de la forma original de la muestra se consigue mediante geometrías especiales de las herramientas utilizadas, que evitan el libre flujo del material y por tanto introducen una considerable presión hidrostática. La combinación de dicha elevada presión hidrostática, junto con las altas deformaciones impuestas genera una elevada densidad de defectos en el material, en particular dislocaciones, que conducen a un afino muy significativo de la microestructura. Puesto que las dimensiones de la pieza no se alteran durante las técnicas de DPS, el procesamiento puede ser aplicado repetidas veces para imponer deformaciones incluso más elevadas. La optimización de las rutas y condiciones de las técnicas de DPS proporcionan una microestructura fina en la mayor parte de la pieza de trabajo.

El desarrollo de los principios de la DPS tuvo lugar en la Universidad de Harvard en la década de 1930 con el trabajo pionero de P.W. Bridgman [32]. Este trabajo estudiaba los efectos que tenía en los sólidos la aplicación de elevadas presiones hidrostáticas junto con la imposición de consecutivas deformaciones de cizalla. Esta investigación le llevó a ganar el Premio Nobel de Física en 1946. Las técnicas de DPS aplicadas con mayor éxito son, por sus siglas en inglés, torsión a alta presión (*high pressure torsión*, HPT) [33], laminación severa acumulativa (*accumulative roll bonding*, ARB) [34], extrusión en canal angular constante (*equal-channel angular pressing*, ECAP) [35] y procesamiento por fricción batida (*friction stir processing*, FSP) [36-38]. A continuación se muestra una breve descripción del procesamiento por HPT y ARB, mientras que para el procesamiento por ECAP y FSP se profundizará más puesto que son las técnicas elegidas en la presente investigación.

1.3.1. HPT

El procesamiento por HPT, esquematizado en la Figura 1.12, consiste en deformar una muestra en forma de disco mediante torsión bajo presión (varios GPa). Al no producirse cambios en las dimensiones de la muestra, se pueden aplicar deformaciones muy altas en el material. No obstante, esta técnica presenta el inconveniente de que la cantidad de

deformación introducida en el material depende de la posición radial en la muestra. Además, sólo se puede aplicar a muestras muy pequeñas, limitando su aplicabilidad.

1.3.2. ARB

El procesado por ARB, esquematizado en la Figura 1.13, consiste básicamente en apilar dos láminas idénticas, previamente limpias, del material a procesar y generar una unión entre ellas mediante laminación (en frío o en caliente), aplicando una reducción de espesor hasta el espesor inicial. A continuación, el material laminado se corta en dos tiras idénticas que, de nuevo, se limpian, se apilan y se unen entre sí mediante laminación, y así sucesivamente hasta un número indefinido de pasadas.

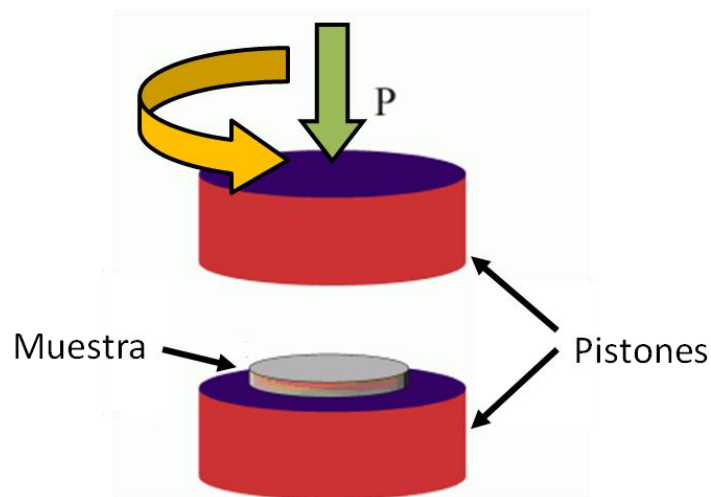


Figura 1.12. Esquema del procesado por HPT.

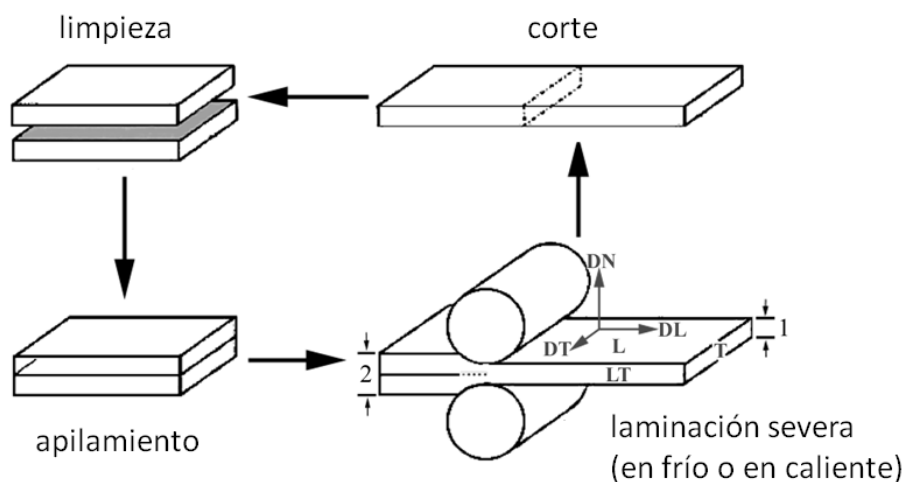


Figura 1.13. Esquema del procesado por ARB con una reducción impuesta 2:1.

El procesado por ARB presenta la ventaja de poseer una fácil implantación a nivel industrial. No obstante, requiere de un buen control del proceso y el calentamiento en las etapas intermedias, en caso de llevarse a cabo en caliente, aumenta el coste de operación.

1.3.3. ECAP

El procesado por ECAP es una técnica de DPS que ha sido ampliamente aplicada a diversos metales y aleaciones, incrementando su resistencia a temperatura ambiente debido al gran afino de grano producido durante el procesado [39]. En la Figura 1.14 se muestra un esquema de un sistema ECAP, incluyendo el sistema de referencia que se utilizará de aquí en adelante. El procesado consiste en hacer pasar una muestra a través de un canal que interseca con otro de igual sección con un determinado ángulo 2ϕ , produciéndose una deformación por cizalla simple. Tras el paso por la intersección, en la muestra se designan tres planos: el superior, XZ o *Top Plane* (TP), el plano de flujo, XY o *Flow Plane* (FP) y el transversal, YZ o *Cross Plane* (CP).

Una de las cualidades del procesado por ECAP frente a otros procesados es la constancia de la sección transversal de la muestra después de cada pasada. Este hecho permite la reinsertión de la muestra en el canal de entrada y su extrusión, en principio, un número indefinido de veces hasta aplicar la cantidad de deformación deseada. La deformación resultante puede expresarse mediante la Ecuación 1.2 [40].

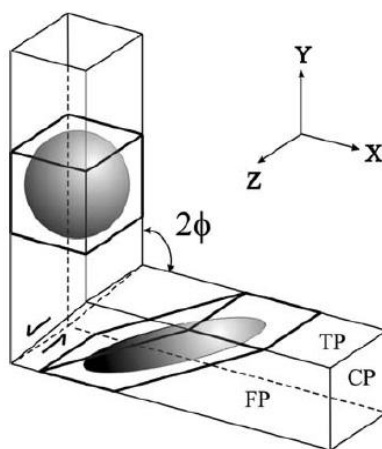


Figura 1.14. Esquema de una matriz de ECAP mostrando la deformación sufrida por una muestra tras el paso a través del canal y el sistema de referencia utilizado en la presente investigación.

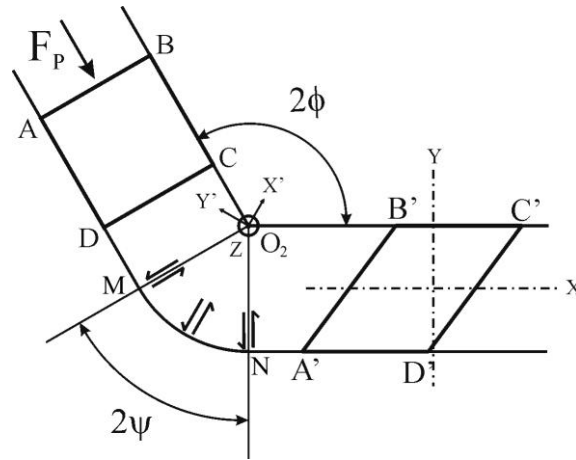


Figura 1.15. Esquema de una matriz de ECAP vista desde el plano XY (FP) de ángulo de intersección 2ϕ con un ángulo de alivio $2\psi > 0$.

$$\varepsilon = N \left[\frac{2\cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)}{\sqrt{3}} \right] \quad [1.2]$$

donde N es el número de pasadas, ϕ es el ángulo de intersección y ψ es el ángulo de alivio (Figura 1.15).

Otra de las cualidades del procesado por ECAP asociada a la constancia de la sección transversal es la posibilidad de extruir una muestra mediante diferentes rutas de procesado. Las rutas más empleadas son, según la notación de Segal [41] y Furukawa y col. [42] las rutas A, B_A, B_C y C. La diferencia entre ellas es la rotación en torno al eje longitudinal de la muestra impuesto entre las sucesivas pasadas. En la Figura 1.16 se muestra un esquema de las cuatro rutas más comunes:

- **Ruta A (Figura 1.16 a):** Se reintroduce en el canal de entrada en la misma posición que se introdujo en la pasada anterior, sin rotación de la muestra entre pasadas. Es una ruta denominada monótona.
- **Ruta B_A (Figura 1.16 b):** La muestra se rota 90° alrededor de su eje longitudinal pero alternando el sentido de rotación cada pasada. Es una ruta denominada monótona.

- **Ruta B_C (Figura 1.16 c):** La muestra se rota 90° alrededor de su eje longitudinal siempre en el mismo sentido de rotación. Se vuelve a la posición inicial de la muestra cada 4 pasadas ($90^\circ \times 4 = 360^\circ$). Es una ruta cíclica.
- **Ruta C (Figura 1.16 d):** Ruta redundante. La muestra se rota 180° alrededor de su eje longitudinal entre pasadas. Se vuelve a la posición inicial de la muestra cada 2 pasadas ($180^\circ \times 2 = 360^\circ$). Es una ruta cíclica.

1.3.4. FSP

En 1991, The Welding Institute (TWI) en el Reino Unido desarrolló la soldadura por fricción batida (FSW) para la unión en estado sólido de aleaciones de aluminio [43]. Una década más tarde, en el año 2000, Mishra y col. [36] adaptaron la técnica FSW al procesamiento de aleaciones metálicas, conocido como procesamiento por fricción batida (FSP). El procesamiento por FSP consiste en la inserción y traslación de una herramienta giratoria dotada de un punzón y un hombro cilíndricos y concéntricos a través de la pieza a procesar. De esta forma se obtiene un cordón procesado con una microestructura fina y altamente desorientada. En la Figura 1.17 se muestra un esquema descriptivo de las herramientas utilizadas (a) y las fuerzas implicadas en el procesamiento por FSP (b).

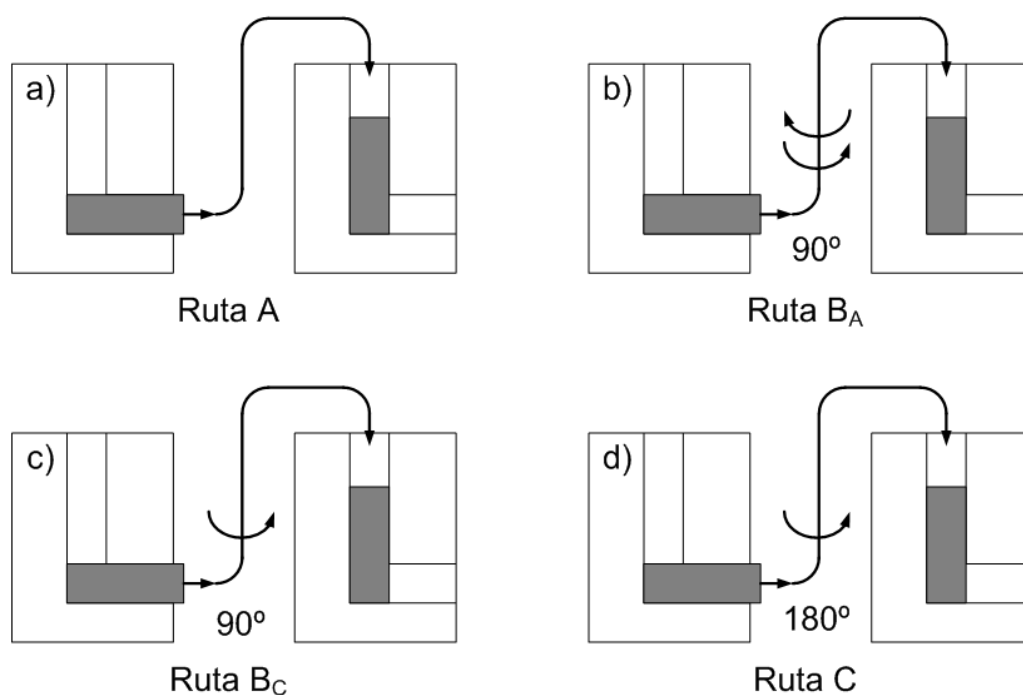


Figura 1.16. Esquema de las diferentes rutas de procesamiento por ECAP: (a) ruta A, (b) ruta B_A (c) ruta B_C, y (d) ruta C.

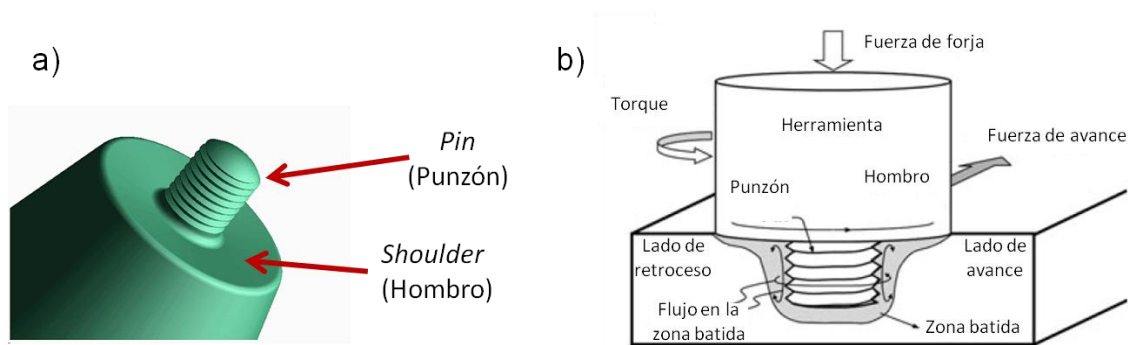


Figura 1.17. Esquema descriptivo de (a) las herramientas utilizadas y (b) las fuerzas implicadas en el procesado por FSP

La herramienta cumple tres funciones en el procesado: calentar la pieza a procesar, remover el material y confinar el material debajo del hombro [44]. La fricción entre la herramienta y la pieza provoca un calentamiento localizado que plastifica el material y permite el desarrollo de enormes deformaciones plásticas en la zona atravesada por la herramienta. Por tanto, una herramienta para FSP debe cumplir una serie de requisitos, que son, resistencia y estabilidad a elevada temperatura, resistencia al desgaste, estabilidad química y tenacidad [45, 46].

Debido a la complejidad del flujo en el material, los gradientes de tensión, deformación, velocidad de deformación y temperatura se pueden distinguir cuatro zonas tras el procesado, mostradas en la Figura 1.18 junto al sistema de referencia utilizado en la presente investigación:

1) Zona batida o *Stir Zone* (SZ): zona directamente afectada por el paso de la herramienta y donde se consiguen las mayores deformaciones, así como las mayores mejoras microestructurales.

2) Zona termomecánicamente afectada o *Thermomechanically Affected Zone* (TMAZ): zona no afectada directamente por la herramienta pero si por el flujo de material adyacente así como por la temperatura alcanzada.

3) Zona térmicamente afectada o *Heat Affected Zone* (HAZ): zona afectada únicamente por el aumento de temperatura.

4) Material base: zona no afectada en absoluto por el procesado y que mantiene las propiedades del material de partida.

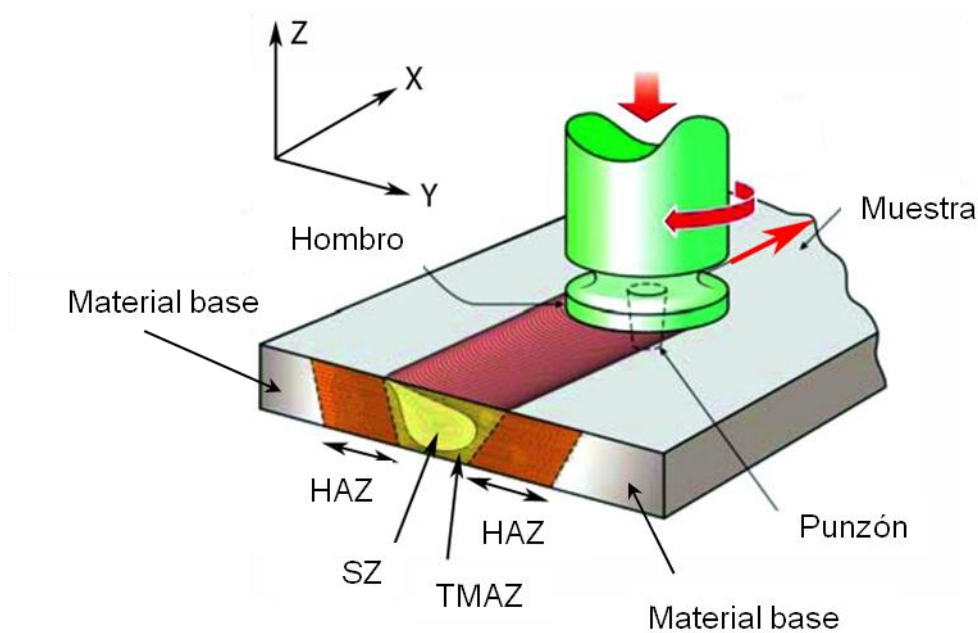


Figura 1.18. Esquema de las diferentes zonas formadas en el procesado por FSP y sistema de referencia utilizado en la presente investigación.

El procesado por FSP modifica beneficiosamente la microestructura en una zona de la pieza, siempre que el cordón se realice en condiciones óptimas, con una velocidad de avance y de rotación apropiadas y utilizando un diseño de herramienta conveniente. En caso contrario se pueden observar defectos, principalmente los denominados defectos túnel. Estos defectos consisten en la falta de llenado de una cavidad formada por la herramienta en su avance y se atribuyen a falta de fuerza de forja y/o elevadas velocidades de avance [47].

A diferencia de otras técnicas de DPS, el procesado por FSP puede ser aplicado tanto a zonas delimitadas del material, sin modificar el resto de la pieza, como a toda la extensión de la pieza mediante el solape de cordones. Además, el procesado por FSP es un procesado rápido, económico y fácilmente escalable. Las ventajas descritas hacen del procesado por FSP una de las técnicas de DPS más atractivas en un futuro cercano, debido a las grandes mejoras microestructurales que proporciona, su eficacia y su versatilidad.

1.3.5. Evolución microestructural durante DPS

Los procesados por DPS producen transformaciones microestructurales, siendo el afino de grano la más destacada. Por otro lado, otra de las consecuencias de este tipo de procesado es la homogeneización de distribuciones heterogéneas de partículas en los materiales procesados en función de la ruta de procesado.

1.3.5.1. Afino de grano

El afino de grano en materiales metálicos sometidos a DPS consiste en un proceso de subdivisión de los granos iniciales. El proceso se basa en la generación de dislocaciones y reorganización de éstas en paredes de dislocaciones, fronteras de subgrano y, finalmente, fronteras de grano, a medida que se acumula deformación en el material [48]. A continuación se describen brevemente las transformaciones microestructurales que tienen lugar durante las diferentes etapas de la deformación hasta altas deformaciones en materiales como el aluminio, con alta energía de falta de apilamiento (SFE). Generalmente, los procesos que conducen al afino de grano son los siguientes:

- 1) *Etapas de deslizamiento fácil de las dislocaciones:* A muy bajas deformaciones equivalentes, $\epsilon < 0,01$ y en un monocristal, puede haber deslizamiento fácil de las dislocaciones en el interior de los granos a lo largo de los planos de deslizamiento más favorables acorde al factor de Schmidt. Tras deformaciones de $\epsilon \sim 0,02-0,03$, el número de fuentes de dislocaciones es mayor y éstas se mueven en bandas de deslizamiento paralelas.
- 2) *Formación de apilamientos de dislocaciones:* Tras deformaciones de $\epsilon \sim 0,05-0,06$, las dislocaciones comienzan a moverse a lo largo de más de un sistema de deslizamiento. La intersección de dislocaciones deslizándose en planos no paralelos implica la inmovilización de las mismas, aumentando el número de apilamientos de dislocaciones. Durante esta etapa, la densidad de dislocaciones crece rápidamente, a partir de un valor típico de $10^{10} - 10^{11}$ dislocaciones por m^2 en un metal recocido, aumentando la tensión necesaria para poder proseguir con la deformación.
- 3) *Formación de la estructura celular, poligonalización:* En materiales con alta SFE, como el aluminio, el núcleo de las dislocaciones es más estrecho y facilita la

superación de apilamientos (y obstáculos, en general) mediante deslizamiento cruzado. Esto favorece que las dislocaciones se organicen en redes tridimensionales formando entramados, denominados paredes de dislocaciones, que dividen la microestructura en zonas denominadas celdas. Las dislocaciones generadas en el interior de las celdas se atrapan en su movimiento en las paredes de dislocaciones, por lo que en el interior de las celdas la densidad de dislocaciones es muy inferior a la de las paredes. El cúmulo de dislocaciones en las paredes genera la rotación desigual de celdas contiguas en ángulos del orden de $<2^\circ$. En metales con SFE alta la estructura celular se suele desarrollar después de una deformación del $\varepsilon \sim 0,05-0,1$.

- 4) *Evolución a fronteras de subgrano (LABs)*: esta etapa tiene lugar progresivamente, a medida que se acumula más deformación. Las paredes de dislocaciones disminuyen en espesor hasta convertirse en verdaderas fronteras bidimensionales de espesor atómico. Esta transición resulta de la aniquilación de dislocaciones de signo opuesto en el interior de las paredes de dislocaciones debido a la restauración dinámica. La desorientación de las LABs es $2-15^\circ$. Dicha transición ocurre a una deformación que depende de la microestructura. Por ejemplo, en Al de alta pureza (99,998% Al) ocurre a deformaciones entre $\varepsilon \sim 0,1-0,22$; sin embargo, en Al de pureza comercial $\sim 99,97\%$ Al es, generalmente, necesaria más deformación, incluso hasta $\varepsilon \sim 0,8$.
- 5) *Evolución a fronteras de grano (HABs)*: a mayores deformaciones, en la subestructura se alcanza un equilibrio entre la generación de dislocaciones y la aniquilación y recombinación de éstas en las paredes de dislocaciones y LABs. La transformación de fronteras de grano de ángulo bajo a alto tiene lugar progresivamente por la incorporación de dislocaciones en las fronteras de subgrano a medida que se deforma el material. Los subgranos adyacentes se van desorientando hasta superar una desorientación superior a 15° , valor normalmente aceptado para distinguir entre LABs y HABs.

A una escala mayor, otra contribución a la subdivisión de microestructuras proviene de la acomodación de la deformación impuesta mediante bandas de deformación. En algunos granos, la acomodación de la deformación impuesta es más favorable mediante la división en bandas de deformación. Éstas son regiones

con diferentes orientaciones cristalográficas desorientadas entre ellas del orden de decenas de grados. El interior de una banda de deformación se compone de subgranos poco desorientados. La formación e intersección de bandas de deformación supone una fuente de generación de HABs alternativa al mecanismo de acumulación de dislocaciones en la subestructura.

En la Figura 1.19 se muestra esquemáticamente la evolución de la microestructura, del tamaño de (sub)grano (L) y de la tensión desarrollada en el procesado, σ_P , frente a la deformación plástica producida [49]. Durante las primeras etapas de la deformación plástica, σ_P aumenta rápidamente con ε debido al incremento de la densidad de dislocaciones en varios órdenes de magnitud. Una vez formada la estructura de celdas de dislocaciones, entran en juego procesos de restauración dinámica de dislocaciones en las paredes de dislocaciones y fronteras de subgrano y la tensión aumenta más lentamente hasta alcanzar un valor máximo de σ_P (σ_s , tensión de saturación). El tamaño de (sub)grano evoluciona de forma inversa a la tensión, es decir, disminuye rápidamente en los primeros estadios de la deformación y más lentamente a deformaciones altas, a las que el tamaño de grano tiende a saturar, L_f .

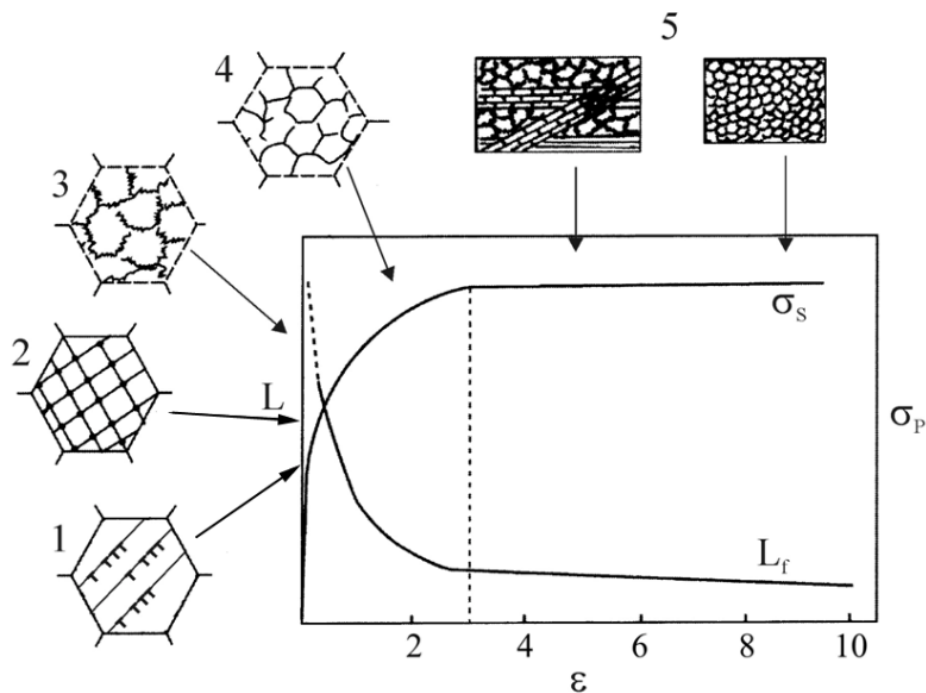


Figura 1.19. Esquema de la evolución microestructural, la tensión σ_P y el tamaño de (sub)grano (L) con la deformación plástica (ε) [49].

1.3.5.2. Homogeneización de distribuciones de partículas

En aleaciones de colada como las aleaciones Al-Si, o en materiales compuestos particulados de colada, uno de los grandes inconvenientes es la obtención de distribuciones heterogéneas de partículas. Las microestructuras dendríticas propias de las aleaciones hipoeutécticas de Al-Si y las agrupaciones de partículas en agregados en los materiales compuestos particulados son perjudiciales para su ductilidad. Se ha mostrado que es posible la redistribución de las partículas, aumentando el grado de homogeneización de la distribución de las mismas, y en consecuencia, la mejora de la resistencia y ductilidad de los materiales mediante técnicas DPS [11, 13, 50-52].

1.3.6. Aplicaciones de los materiales procesados por DPS

Los materiales obtenidos mediante técnicas de DPS generalmente poseen microestructuras de grano ultrafino con una elevada fracción de fronteras de grano de alto ángulo ($>15^\circ$). Tradicionalmente se ha explorado el efecto de las técnicas de DPS en el incremento de la resistencia a temperatura ambiente [39, 53-57].

Sin embargo, en los últimos años, la continua investigación y mejora en el desarrollo de materiales mediante DPS ha suscitado un interés adicional, relacionado con el posterior conformado a alta temperatura. Así, los materiales obtenidos mediante DPS, con grano ultrafino y elevada desorientación son candidatos a experimentar una deformación superplástica a alta temperatura. La superplasticidad, caracterizada entre otras cosas por ser una deformación homogénea con tensiones de fluencia extremadamente bajas y con alargamientos enormes [58, 59], puede ser aprovechada industrialmente en procesos de conformado. Este conformado, denominado conformado superplástico, es extremadamente útil en la obtención de piezas de formas complejas con espesores uniformes en una sola etapa de fabricación. Por tanto, el conformado superplástico elimina la necesidad de ensamblaje de piezas separadas, con la consiguiente reducción de costes [60]. Existen distintas configuraciones para llevar a cabo el conformado superplástico, aunque la más extendida es el conformado con gas, o soplado (*blow forming*) esquematizado en la Figura 1.20.

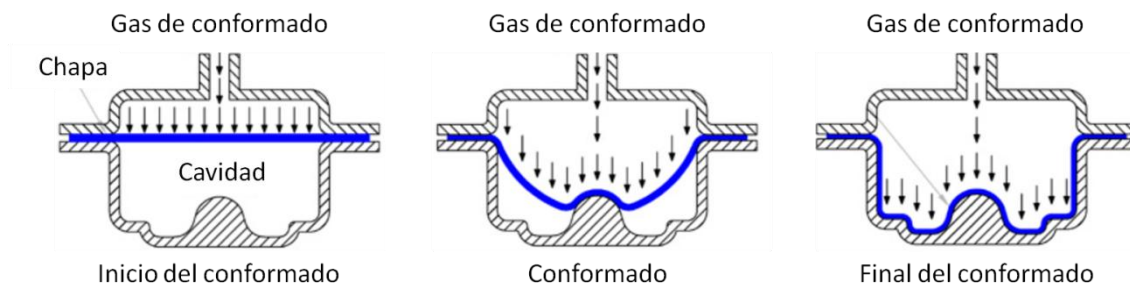


Figura 1.20. Esquema de conformado superplástico mediante gas.

Una lámina de material, calentada previamente a la temperatura deseada, se conforma en un paso dentro de la cavidad de la matriz que suele tener la forma y dimensiones de la pieza final, usando gas a presión. En aleaciones de aluminio de alta resistencia, como la Al 7075, tradicionalmente se ha obtenido superplasticidad tras complejos procesos termomecánicos [61-64], obteniendo microestructuras con tamaños de grano en torno a $10\ \mu\text{m}$, que exhiben superplasticidad a temperaturas elevadas, cercanas a $500\ ^\circ\text{C}$, y bajas velocidades de deformación, $10^{-4}\ \text{s}^{-1}$. Estas temperaturas tan elevadas y las velocidades de deformación tan bajas están lejos del interés industrial, lo que limitaba la viabilidad del conformado superplástico a determinadas piezas de elevada responsabilidad. El afino de grano obtenido mediante DPS promueve la aparición de superplasticidad a temperaturas más bajas y a mayores velocidades de deformación, del orden de $10^{-2}\ \text{s}^{-1}$ [65-68]. Así, la mejora de la respuesta superplástica a través del control microestructural, hacia menores tamaños de grano y mayores desorientaciones, es uno de los campos de aplicación más prometedores de los materiales obtenidos mediante DPS.

1.4. COMPORTAMIENTO A ALTA TEMPERATURA

El afino del tamaño de grano además de un incremento en la resistencia mecánica de los materiales a temperatura ambiente supone generalmente una mejora de su capacidad para experimentar deformación superplástica a alta temperatura. Sin embargo, las estructuras de (sub)grano obtenidas por DPS presentan el inconveniente de ser térmicamente inestables y tienden a engrosar rápidamente durante la deformación a alta temperatura.

Se denomina fluencia a la deformación plástica de los sólidos en el tiempo a temperatura, típicamente $T > 0,5T_f$, siendo T_f la temperatura absoluta de fusión del sólido [69]. Durante la fluencia un material se deforma permanentemente bajo la acción de fuerzas externas. Generalmente, la fluencia de materiales policristalinos se asocia a tres tipos de mecanismos que tienen lugar a escala atómica. Estos mecanismos son a) fluencia difusional b) deslizamiento de fronteras de grano y c) fluencia por movimiento de dislocaciones, que es el más común de los tres. En principio, se considera que estos tres mecanismos tienen lugar independientemente. No obstante, en algunos casos para que se dé la deformación por un mecanismo se necesita acomodación de la deformación gracias a otro. Este es el caso del deslizamiento de fronteras de grano, durante el cual la acomodación suele atribuirse al movimiento de dislocaciones [70], aunque algunos autores también lo atribuyen a fluencia difusional [71]. Estos mecanismos son activados térmicamente y están controlados por la difusión de átomos. Son por lo tanto dependientes del tiempo y de la temperatura.

La tensión de fluencia, σ , es decir, la tensión a la que tiene lugar el flujo plástico, es función de la velocidad de deformación, $\dot{\epsilon}$, y la temperatura, T . La relación más general de estas variables, denominada ley potencial de la fluencia, es la mostrada en la Ecuación (1.1) [69]:

$$\dot{\epsilon} = A \left(\frac{\sigma}{E} \right)^n D \quad (1.1)$$

donde A es una constante, E es el módulo de Young, n es el exponente de la tensión y D es el coeficiente de difusión. La ley potencial funciona a valores de $\dot{\epsilon}/D \leq 10^{13} \text{ m}^{-2}$. A mayores valores de $\dot{\epsilon}/D$, n aumenta gradualmente siguiendo una dependencia de tipo exponencial, por lo que se la ha denominado zona de ruptura de la ley potencial (*power-law breakdown*). Este comportamiento sucede a temperaturas bajas y/o velocidades de deformación altas. La constante A representa principalmente la influencia de la microestructura. Generalizando, los mecanismos de fluencia se pueden describir mediante la siguiente ecuación constitutiva, Ecuación (1.2):

$$\dot{\epsilon} = A' \left(\frac{\sigma}{E} \right)^n \left(\frac{b}{L} \right)^p \exp \left(-\frac{Q}{RT} \right) \quad (1.2)$$

donde A' es una constante, b es el vector de Burgers, L hace referencia a un parámetro microestructural, sea tamaño de grano o subgrano, p es una constante dependiente del mecanismo, R es la constante de los gases y Q es la energía de activación. Cada mecanismo de fluencia tiene valores específicos de n , p , y Q .

1.4.1. Fluencia viscosa o newtoniana ($n=1$)

1.4.1.1. Fluencia difusional

En este mecanismo la deformación ocurre como resultado de transporte de materia por difusión de vacantes. Este mecanismo operaría a temperaturas muy elevadas ($\sim 0,9T_f$), en las que la difusión es alta. La difusión se genera por gradientes de tensiones, y los átomos fluyen de las fronteras de grano de zonas compresión hacia zonas en tracción.

Los átomos pueden difundir por dos vías: a través de la red cristalina, o a lo largo de las fronteras de grano. En el primer caso, descrito por Nabarro [72] y Herring [73], los parámetros característicos en la ecuación son $n=1$, $p=2$ y $Q=Q_R$. Cuando la difusión tiene lugar a lo largo de las fronteras de grano, Coble [74] mostró que la ley potencial es una ecuación con $n=1$, $p=3$ y $Q=Q_{FG}$. Sus ecuaciones constitutivas se muestran en la Tabla [1.4].

1.4.1.2. Harper-Dorn

Este mecanismo suele aparecer a tensiones y velocidades de deformación muy bajas en materiales con tamaños de grano grandes, y las constantes de su ecuación son $n=1$, $p=0$ y $Q=Q_R$. Las tensiones a las que se presenta este mecanismo son del orden de las tensiones internas del material y opera a través del movimiento de dislocaciones. Su ecuación constitutiva se muestra en la Tabla 1.4 [75].

1.4.2. Deslizamiento de fronteras de grano

El mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano (DFG) se produce por deslizamiento de dos granos vecinos a lo largo de su frontera común. Este mecanismo tiene un $n = 2$ y opera en materiales con tamaños de grano fino ($<15 \mu m$) separados por fronteras de grano altamente desorientadas en ciertas condiciones de σ y T , llamadas

“ventana superplástica”. Estos materiales exhiben ductilidades muy altas y tensiones de fluencia bajas. Además, a diferencia del mecanismo de fluencia por movimiento de dislocaciones, los granos permanecen esencialmente equiaxiales después de la deformación, y no reflejan las altas deformaciones a las que han sido sometidos.

Cuando opera el mecanismo de DFG, es necesario un mecanismo de acomodación de la deformación en las juntas triples intergranulares. En la literatura se encuentran varios modelos que generalmente asocian el mecanismo de acomodación al movimiento de dislocaciones [70, 76-78]. En cualquier caso, en todos los modelos el exponente de la tensión es $n = 2$.

Ruano y Sherby [59] realizaron una revisión de datos experimentales presentes en la literatura sobre un grupo extenso de aleaciones deformadas por DFG y extrajeron que ninguno de los modelos previos predice correctamente la dependencia de $\dot{\epsilon}$ con σ , llegando a la conclusión de que, en función de la temperatura de ensayo, el mecanismo es el DFG controlado por difusión a lo largo de las fronteras de grano ($0,4T_f < T < 0,6T_f$), en cuyo caso $n=2$, $p=3$ y $Q=Q_{FG}$, o a través de la red ($T > 0,6T_f$), en cuyo caso $n=2$, $p=2$ y $Q=Q_R$. A partir de todos los datos obtuvieron, según el intervalo de temperatura, dos ecuaciones fenomenológicas, Ecuaciones (1.3) y (1.4), donde K_3 y K_4 son constantes.

$$0,4T_f < T < 0,6T_f \quad \dot{\epsilon} = K_3 \left(\frac{\sigma}{E} \right)^2 \left(\frac{b}{L} \right)^3 \exp \left(-\frac{Q_{FG}}{RT} \right) \quad (1.3)$$

$$T > 0,6T_f \quad \dot{\epsilon} = K_4 \left(\frac{\sigma}{E} \right)^2 \left(\frac{b}{L} \right)^2 \exp \left(-\frac{Q_R}{RT} \right) \quad (1.4)$$

1.4.3. Fluencia por movimiento de dislocaciones

La deformación tiene lugar por el movimiento de las dislocaciones en la red cristalina y se esquematiza en la Figura 1.21. Es un mecanismo independiente del tamaño de grano, y es el mecanismo común en materiales policristalinos. Durante la deformación, los granos originales adoptan la forma impuesta por la deformación macroscópica. De esta forma, tras un ensayo de tracción uniaxial, los granos originales exhiben morfologías alargadas en la dirección de tracción.

El movimiento de las dislocaciones implica dos procesos: el deslizamiento en los planos de deslizamiento y el trepado (movimiento no conservativo de dislocaciones

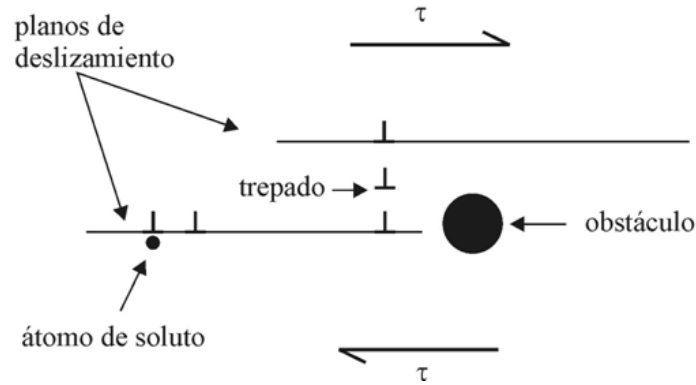


Figura 1.21. Proceso de deslizamiento y trepado de dislocaciones a través de la red cristalina.

por aporte de vacantes) para superar los obstáculos. Son dos procesos secuenciales y por lo tanto, la velocidad de deformación total se puede expresar según la Ecuación (1.5):

$$\frac{1}{\dot{\epsilon}} = \frac{1}{\dot{\epsilon}_g} + \frac{1}{\dot{\epsilon}_c} \quad (1.5)$$

donde $\dot{\epsilon}$ es la velocidad de deformación total, y $\dot{\epsilon}_g$ y $\dot{\epsilon}_c$ representan la velocidad de deformación de deslizamiento y trepado de las dislocaciones, respectivamente.

Esta ecuación, típica de procesos con etapas en serie, implica que la etapa más lenta es la que controla el proceso. Si $\dot{\epsilon}_g$ es la más lenta el mecanismo operativo será el de arrastre de soluto (*solute drag*), mientras que si $\dot{\epsilon}_c$ es la más lenta el mecanismo operativo estará controlado por el trepado de dislocaciones.

1.4.3.1. “Solute drag” (n=3)

En algunas aleaciones, el deslizamiento de las dislocaciones a lo largo de los planos de deslizamiento es más lento que la superación de los obstáculos por trepado, proceso que se da bajo ciertas condiciones de $\dot{\epsilon}$ y T. Este es el caso de algunas soluciones sólidas, normalmente denominadas soluciones sólidas de Clase I [69]. El movimiento de las dislocaciones en los planos de deslizamiento se frena por la interacción de éstas con las atmósferas de soluto. El modelo aceptado para este mecanismo es el de Weertman [79], que propuso la siguiente ley potencial:

$$\dot{\epsilon} = K_6 \left(\frac{\sigma}{E} \right)^3 \exp \left(-\frac{Q_s}{RT} \right) \quad (1.6)$$

donde K_6 es una constante y Q_s es la energía de activación para la difusión de los átomos de soluto en el metal base. Estos materiales muestran exponentes de la tensión $n=3$ que, aunque no es tan bajo como el mostrado generalmente por materiales superplásticos ($n=2$), supone la suficiente estabilidad plástica durante la deformación para exhibir ductilidades moderadas [79-82]. Al tratarse de un mecanismo independiente del tamaño de grano, no es necesario realizar procesos termomecánicos de afino de grano para incrementar su ductilidad.

1.4.3.2. Fluencia controlada por trepado ($n=5$)

En la mayoría de las aleaciones y metales puros, denominados aleaciones de Clase II para diferenciarlos de los anteriores ($n=3$) [69], el proceso más lento es el trepado. En este caso la velocidad de deformación se describe mediante la Ecuación (1.7) en la que $n=5$, $p=0$ y $Q=Q_R$ [69]:

$$\dot{\epsilon} = K_7 \left(\frac{\sigma}{E} \right)^5 \exp \left(- \frac{Q_R}{RT} \right) \quad (1.7)$$

Durante la deformación mediante este mecanismo, se produce la formación de una estructura de subgranos cuyo tamaño medio es inversamente proporcional a la tensión de fluencia en estado estacionario tal y como se predice en la Ecuación (1.8):

$$\frac{\lambda}{b} = M \left(\frac{\sigma}{E} \right)^{-1} \quad (1.8)$$

donde λ es el tamaño de subgrano y M una constante que toma valores alrededor de 4 para muchos metales y aleaciones y que en el caso del aluminio puro es de 7,7 [69].

En aleaciones reforzadas por una dispersión homogénea de precipitados, el tamaño de subgrano está condicionado por la distancia entre las partículas, y permanece constante independientemente de la tensión aplicada. Sherby y col. [83] mostraron que la dependencia de la velocidad de deformación es entonces proporcional a λ^3 y el exponente de la tensión pasa a ser de $n=5$ a $n=8$. La Ecuación 1.9 muestra la ecuación fenomenológica de la fluencia por trepado de las dislocaciones a subestructura constante.

$$\dot{\epsilon} = K_8 \left(\frac{\sigma}{E} \right)^8 \left(\frac{\lambda}{b} \right)^3 \exp \left(- \frac{Q_R}{RT} \right) \quad (1.9)$$

Tabla 1.4. Ecuaciones constitutivas de los mecanismos de deformación a elevada temperatura para materiales policristalinos.

Mecanismo	Ecuación Constitutiva
Fluencia Difusional	
Nabarro-Herring	$\dot{\epsilon} = K_1 \left(\frac{\sigma}{E}\right) \left(\frac{b}{L}\right)^2 \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right)$
Coble	$\dot{\epsilon} = K_2 \left(\frac{\sigma}{E}\right) \left(\frac{b}{L}\right)^3 \exp\left(-\frac{Q_{FG}}{RT}\right)$
Deslizamiento de fronteras de grano	
Controlado por D_R	$\dot{\epsilon} = K_3 \left(\frac{\sigma}{E}\right)^2 \left(\frac{b}{L}\right)^2 \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right)$
Controlado por D_{FG}	$\dot{\epsilon} = K_4 \left(\frac{\sigma}{E}\right)^2 \left(\frac{b}{L}\right)^3 \exp\left(-\frac{Q_{FG}}{RT}\right)$
Movimiento de dislocaciones	
Harper-Dorn	$\dot{\epsilon} = K_5 \left(\frac{\sigma}{E}\right) \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right)$
Solute Drag	$\dot{\epsilon} = K_6 \left(\frac{\sigma}{E}\right)^3 \exp\left(-\frac{Q_s}{RT}\right)$
Trepado de dislocaciones	$\dot{\epsilon} = K_7 \left(\frac{\sigma}{E}\right)^5 \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right)$
Subestructura constante	$\dot{\epsilon} = K_8 \left(\frac{\sigma}{E}\right)^8 \left(\frac{\lambda}{b}\right)^3 \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right)$

1.5. TEXTURAS DE DEFORMACIÓN

La textura en materiales policristalinos es la distribución preferente de las orientaciones cristalográficas de los granos que forman su microestructura. Si en un material se observa que los granos se orientan preferentemente, se dice que dicho material tiene textura. Sin embargo, un material cuyas orientaciones se distribuyen de manera aleatoria se dice que no tiene textura. Los ejemplos de materiales que no presentan textura después de su obtención y/o procesado son muy escasos. Normalmente, la textura aparece en los materiales ya durante la solidificación. Los materiales sometidos a procesos termomecánicos, los cuales implican la aplicación de una deformación plástica (laminado, forja, extrusión, etc), generalmente presentan una textura de deformación tras el procesado. Las texturas de deformación son

características tanto del material como del procesado al que ha sido sometido. En la industria, el control de la textura de los materiales es imprescindible ya que tiene un efecto muy importante en muchas propiedades físicas del material como el módulo de Young, módulo de Poisson, resistencia mecánica, ductilidad, tenacidad, permeabilidad magnética, conductividad eléctrica, etc. La textura de un material se ha medido clásicamente mediante técnicas de difracción de rayos X (DRX), pero en la actualidad, gracias a las técnicas de mapeado de orientaciones cristalográficas (orientation image mapping, OIM) como la difracción de electrones retrodispersados (EBSD) o la técnica ACOM-MET (*Automated Crystallographic Orientation Mapping*, identificación automática de orientaciones cristalográficas) se puede medir la textura a la vez que se obtienen imágenes de la microestructura.

La textura se puede representar de diferentes maneras, pero todas presentan la posición relativa entre el sistema de coordenadas de la muestra, sistema S y el cristalográfico, sistema C. Ambos son sistemas de ejes cartesianos, y se esquematizan en la Figura 1.22.

El sistema de coordenadas de la muestra $S = \{s_1, s_2, s_3\}$ se elige de acuerdo con direcciones asociadas al procesado que ha recibido la muestra. Por ejemplo, el sistema de coordenadas de la muestra en ECAP es el sistema $S = \{X, Y, Z\}$ definido en la Figura 1.22. El sistema de coordenadas cristalográfico $C = \{c_1, c_2, c_3\}$ es específico de la estructura cristalina del material analizado. En materiales con red cúbica, los ejes del sistema C son las direcciones $[100]$, $[010]$ y $[001]$, que forman un sistema de coordenadas ortonormal.

Las figuras de polos son el método más común para representar la textura, mostrando la proyección del sistema de coordenadas cristalográfico con respecto al sistema de ejes de la muestra analizada. Son representaciones de determinadas familias de planos $\{hkl\}$ en la proyección estereográfica de la esfera de referencia unitaria, cuyos ejes son paralelos a los del sistema de referencia de la muestra analizada. En la Figura 1.23 se muestra el proceso de construcción de una figura de polos correspondiente a la orientación individual la familia de planos $\{100\}$ de una celda unidad cúbica.

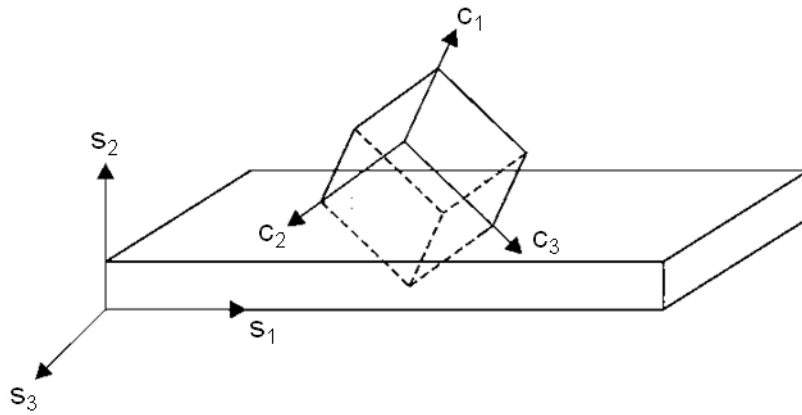


Figura 1.22. Esquema de una celda cúbica de sistema de coordenadas $C = \{c_1, c_2, c_3\}$ orientada arbitrariamente en una muestra de sistema de coordenadas $S = \{s_1, s_2, s_3\}$.

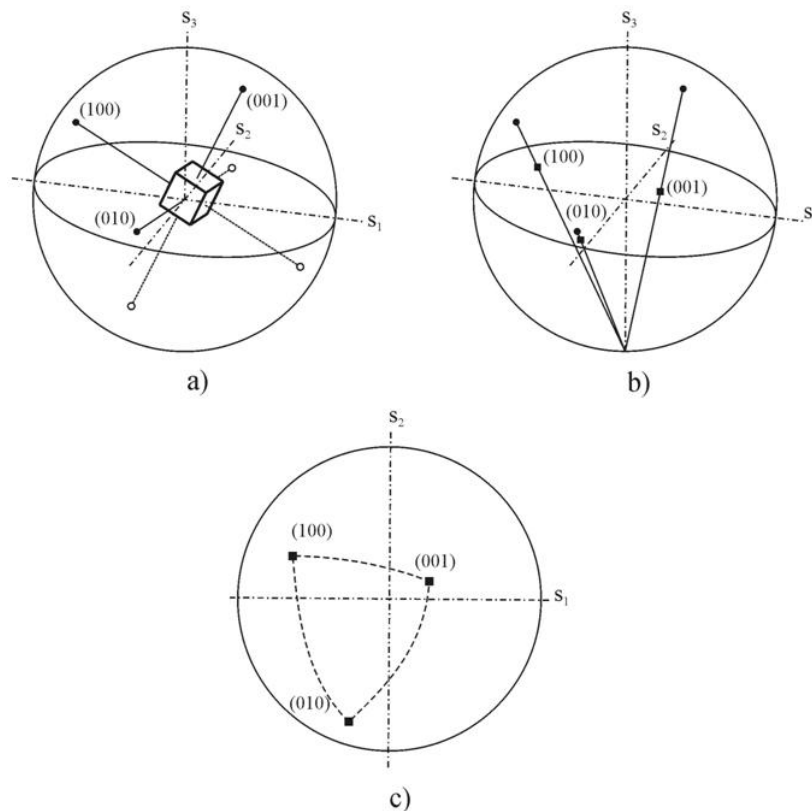


Figura 1.23. Proyección estereográfica de los polos {100} de una celda cúbica con sistema de coordenadas $S = \{s_1, s_2, s_3\}$. a) celda cúbica en la esfera de referencia unitaria; b) proyección de los polos {100} en el plano ecuador; c) figura de polos {100}.

Debido a la geometría en la que se impone la tensión en la mayoría de las técnicas DPS como ECAP o FSP la textura más comúnmente observada es la de cizalla. La textura de un material CCC policristalino sometido a deformación de cizalla simple, posee unas orientaciones ideales compuestas por las fibras A y B, y la componente C. La fibra A, formada por las componentes $\{111\}[uvw]$, indica que los planos cristalográficos $\{111\}$ yacen paralelos al plano de cizalla. La fibra B, cuyas componentes son $(hkl)\langle 110 \rangle$, implica que las direcciones $\langle 110 \rangle$ se alinean paralelas a la dirección de cizalla. Por último, la componente C, que es una orientación en la fibra B, es $\{001\}\langle 110 \rangle$ [84]. Existen unas orientaciones predominantes pertenecientes a las fibras A y B. Estas orientaciones y sus índices de Miller se proporcionan en la Tabla 1.5, donde las orientaciones A_1 con A_2 , A/B_1 con A/B_2 y B_1 con B_2 son, en cada caso, variantes simétricas cristalográficamente equivalentes [85]. Junto a los índices de Miller, en la Tabla 1.5, se ha asignado un color a las orientaciones A_1 (naranja), A_2 (amarillo), B_1 (rojo), B_2 (azul) y a la componente C (verde) para facilitar la identificación de las posiciones ideales de cada componente en la figura de polos $\{111\}$ mostrada en la Figura 1.24. En dicha figura las líneas continuas representan las fibras A (líneas azules) y B (líneas rojas) de cizalla.

Tabla 1.5. Componentes predominantes en la textura por deformación de cizalla en metales CCC. Los índices de Miller indican el plano $\{hkl\}$ que es paralelo al plano de cizalla y la dirección $\langle uvw \rangle$ que es paralela a la dirección de cizalla. Para cada componente además se indica el color utilizado en su representación en la Figura 1.24.

Notación	Color	Índices de Miller $\{hkl\}\langle uvw \rangle$
A_1	naranja	$\{111\}[\bar{1}\bar{1}2]$
A_2	amarillo	$\{111\}[11\bar{2}]$
B_1	rojo	$(1\bar{1}2)\langle 110 \rangle$
B_2	azul	$(\bar{1}1\bar{2})\langle 110 \rangle$
A/B_1	blanco	$(1\bar{1}1)\langle 110 \rangle$
A/B_2	negro	$(\bar{1}11)\langle 110 \rangle$
C	verde	$\{001\}\langle 110 \rangle$

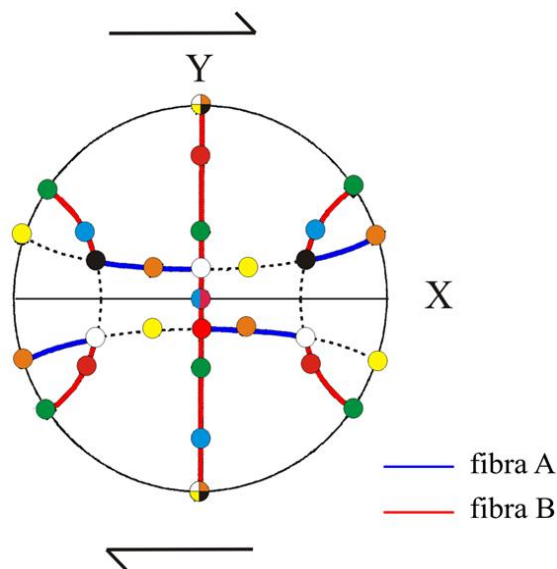


Figura 1.24. Figura de polos $\{111\}$ obtenida en el plano Z correspondiente a una deformación de cizalla acorde a las flechas donde se muestran las posiciones ideales de las orientaciones predominantes dadas en la Tabla 1.5.

Las texturas desarrolladas en FSP son en general poco intensas debido a la gran deformación impuesta en este procesado. No obstante, existen algunos estudios donde se muestran la presencia de algunas componentes de cizalla en determinadas zonas del material [86-89].

Por otro lado, en el caso de ECAP, algunos trabajos describen la formación de textura en Al y otros materiales [90-102]. La textura desarrollada durante el procesado por ECAP es la correspondiente a una deformación de cizalla simple. No obstante, como se ve en la Figura 1.25, la cizalla simple que tiene lugar durante una pasada de ECAP, está rotada con respecto a la cizalla simple mostrada en la Figura 1.24. Esto es debido a que en una matriz de ECAP de ángulo $2\phi=90^\circ$, la cizalla se produce rotada 45° con respecto al eje X. Además, la cizalla tiene lugar hacia el sentido negativo del eje X', por lo que es una cizalla simple negativa. Como consecuencia, la representación de las fibras A y B y de las orientaciones preferentes es diferente a la mostrada en el caso de cizalla simple de la Figura 1.24. Teniendo en cuenta estas dos consideraciones (rotación de 45° y sentido negativo de la cizalla), la figura de polos $\{111\}$ ideal de la textura de ECAP se ha representado en la Figura 1.25.

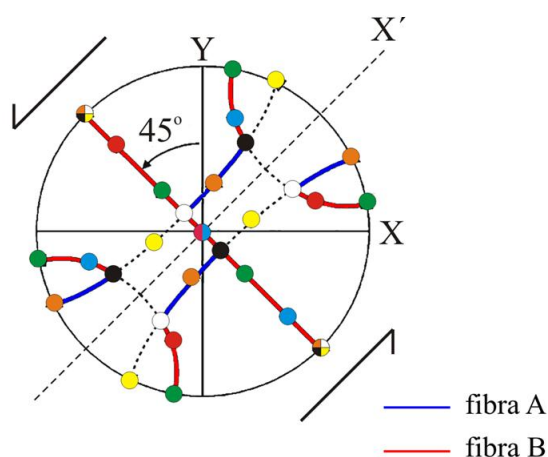


Figura 1.25. Figura de polos {111} obtenida en el plano Z correspondiente a una deformación en un ECAP de ángulo $2\phi = 90^\circ$ donde se muestran las posiciones ideales de las orientaciones predominantes dadas en la Tabla 1.5.

1.6. ALEACIONES Al-7%Si Y Al 7075 EN DPS. ESTADO DEL ARTE

La aleación de colada Al-7%Si ha sido utilizada en DPS principalmente por el efecto marcador de la deformación que proporciona el microconstituyente eutéctico. En el caso de ECAP, la evolución microestructural por distintas rutas y número de pasadas, así como la influencia que tiene la precipitación de Si proveniente de la solución sólida sobresaturada inducida por la deformación ha sido extensamente estudiada [103-107]. Las propiedades mecánicas en esta aleación tras el procesado por ECAP han sido evaluadas únicamente a temperatura ambiente [11, 108], por lo que el mecanismo de deformación a intermedias y altas temperaturas es todavía desconocido en esta aleación. De igual manera que en el caso del procesado por ECAP, mediante HPT se han estudiado aspectos microestructurales [50, 109-113]. En el caso de FSP, tan sólo un estudio ha considerado esta aleación con este procesado, mostrando de nuevo la evolución microestructural [108]. Así, el comportamiento mecánico de esta aleación, procesada mediante DPS, es hoy en día desconocido, por lo que su estudio puede ampliar las aplicaciones de esta aleación.

En la aleación Al 7075 diversos trabajos demuestran que esta aleación se puede hacer superplástica mediante el afino de su microestructura [16, 61-63]. Este hecho hace conveniente la aplicación de procesados por DPS en esta aleación. Mediante el procesado por HPT, pocos son los estudios en esta aleación. La evolución microestructural durante el procesado es el aspecto más estudiado [114, 115] y tan sólo un estudio ha evidenciado la presencia de superplasticidad a elevada velocidad de deformación ($> 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) en la aleación Al 7075 procesada por HPT [65]. En cuanto al procesado por ARB, en los últimos años se han realizado una serie de trabajos que evidencian la presencia de superplasticidad gracias al afino de grano proporcionado por esta técnica [68, 116-119]. El procesado por ECAP, por su mayor longevidad, es donde las propiedades superplásticas obtenidas en la aleación Al 7075 han sido más extensamente estudiadas [57, 66, 120-124]. Por último, la respuesta superplástica de la aleación Al 7075 ha sido estudiada desde los inicios del procesado por FSP [125-128]. No obstante, la operación del mecanismo de DFG ha sido reportada a bajas velocidades de deformación, en torno a 10^{-4} s^{-1} , y a elevadas temperaturas, por encima de 450°C con tamaños de grano en torno a $3\text{-}4 \mu\text{m}$ [129]. Por tanto, no han sido todavía optimizados los beneficios del procesado por FSP en el conformado superplástico de esta aleación. La utilización de nuevas condiciones, verdaderamente severas, que conduzcan a un mayor afino de grano puede proporcionar respuestas superplásticas realmente interesantes para la industria.

1.7. OBJETIVOS

En la presente investigación se procesaron mediante DPS dos aleaciones de Al con motivaciones y objetivos distintos. El primer material es la aleación de Al-7%Si de colada, que fue seleccionada para estudiar el efecto de dos procesados de DPS, ECAP y FSP, en la microestructura y el comportamiento mecánico a intermedias y altas temperaturas. La segunda aleación seleccionada fue la aleación de denominación comercial Al 7075, procesada mediante FSP utilizando distintas condiciones para el estudio de su microestructura y comportamiento mecánico a temperaturas intermedias y altas. Por ello, la investigación está dividida en dos bloques, cada uno dedicado a una aleación, los cuales se plantean a continuación:

1.7.1. Aleación Al-7%Si

En el estudio de esta aleación se persiguen varios objetivos. Desde el punto de vista tecnológico se pretende mejorar las propiedades mecánicas a elevadas temperaturas de la aleación hipoeutéctica Al-7%Si, en términos de resistencia y ductilidad. Para poder conseguir dichas mejoras se requiere de una homogeneización y afino de la microestructura, las cuales pueden obtenerse mediante la aplicación de una elevada deformación plástica en el material mediante el procesado por sucesivas pasadas de ECAP o mediante FSP. Además se tratará de proporcionar las condiciones óptimas de procesado que generen las mejores propiedades mecánicas.

Desde el punto de vista científico se pretende, por un lado, estudiar el efecto de las diferentes condiciones de procesado en la optimización de la microestructura deformada severamente. Por otro lado, se quiere determinar el mecanismo de fluencia que opera en esta aleación a intermedias y altas temperaturas y la influencia de las condiciones de procesado en el mismo.

1.7.2. Aleación Al 7075

Al igual que para la anterior aleación, en la presente investigación se persigue tanto una serie de objetivos científicos como tecnológicos.

La aleación Al 7075, perteneciente al sistema Al-Zn-Mg-Cu, es extensamente utilizada en la industria aeronáutica por su capacidad de endurecimiento por precipitación. Sin embargo, para la obtención de piezas complejas de elevada responsabilidad mediante el ventajoso conformado superplástico son necesarias temperaturas muy altas y velocidades de deformación demasiado lentas para que sea viable su producción a gran escala. Por tanto, el objetivo tecnológico consiste en lograr un afino microestructural mediante el procesado por FSP tal que proporcione la mayor respuesta superplástica a las menores temperaturas y mayores velocidades de deformación posibles. Para ello se buscará alcanzar la mayor severidad viable durante el procesado, utilizando tanto una herramienta de geometría compleja como un soporte refrigerado con nitrógeno líquido para incrementar la velocidad de extracción de calor, así como unas variadas condiciones de procesado y de microestructura inicial. Además, se estudiarán las relaciones entre procesado-microestructura-propiedades mecánicas con el fin de optimizar la respuesta superplástica.

Desde el punto de vista científico, se pretende indagar en la formación de la microestructura durante el procesado por FSP, tema de debate en la comunidad científica. Asimismo, se determinarán los mecanismos de fluencia operativos a intermedias y altas temperaturas, así como la influencia que tienen sobre ellos los parámetros microestructurales y mecánicos obtenidos en la caracterización de las muestras.

1.8. APORTACIONES

En el bloque dedicado al estudio de la aleación Al-7%Si, como aportación tecnológica, se optimiza el procesado por ECAP de la aleación, obteniéndose un récord de afino y una gran mejora tanto de la resistencia como la ductilidad a intermedias y altas temperaturas respecto a la aleación de partida. Además, por primera vez se ha conseguido procesar una superficie extensa de esta aleación mediante FSP, generando una gran homogeneidad microestructural que ha permitido alcanzar elevados valores de resistencia y sobre todo ductilidad a intermedias y altas temperaturas. Científicamente, se ha puesto de manifiesto la importancia de la precipitación de Si inducida por la deformación severa en las propiedades mecánicas y en el mecanismo de deformación a intermedias y altas temperaturas.

En el bloque dedicado al estudio de la aleación Al 7075, como aportación tecnológica, se ha procesado en las condiciones más severas hasta la fecha optimizando el procesado por FSP de la aleación en cuanto a condiciones, soporte y estado de precipitación de la aleación, obteniéndose records de ductilidad a temperaturas inferiores y velocidades de deformación superiores a las habituales de conformado superplástico para esta aleación. Desde el punto de vista científico, se ha explicado el mecanismo de formación microestructural durante el procesado por FSP. Además, se han determinado los mecanismos de deformación, siendo el mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano (DFG) el operativo en un amplio rango de temperaturas y velocidades de deformación. Por último, se ha realizado una validación del índice calorífico (IC) como parámetro apropiado que relaciona las condiciones de procesado por FSP con la microestructura y propiedades mecánicas proporcionadas.

2. MATERIAL Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2. MATERIAL Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. MATERIAL

2.1.1. Al-7%Si

La aleación hipoeutética Al-7%Si utilizada en el presente estudio se preparó mediante colada. Esta se realizó a partir de lingotes de aluminio puro (99,99%), lingotes de aleación madre de composición eutética Al-12,3% Si y un 0,02% en peso de Na en polvo, añadido como agente modificador de la microestructura. Para ello, se pesaron las cantidades necesarias de cada material y se llevaron conjuntamente a una temperatura aproximada de 700° C en un crisol hasta verificar la fusión total. El Na se adicionó en los últimos estadios de la fusión, para evitar su pérdida por volatilización. Se añadieron además escorificantes para facilitar la retirada de los posibles óxidos formados. Se coló un lingote en un molde de acero previamente calentado para eliminar la humedad, de dimensiones 35 x 21 x 7 cm³. Instantes después de la colada el lingote fue extraído del molde y se dejó enfriar al aire.

Una serie de radiografías a lo largo de la longitud mayor del lingote reveló una pequeña porosidad uniformemente distribuida a lo largo de toda la sección de colada.

2.1.2. Al 7075

La aleación comercial Al 7075 se adquirió en forma de planchas laminadas de 3 mm de espesor en estado T6, correspondiente a la máxima dureza. La composición química de la aleación se indica en la Tabla 2.1.

Se cortaron chapas de 290 x 110 x 3 mm de la aleación de aluminio 7075 en tres estados de partida distintos, descritos a continuación:

Tabla 2.1. Composición química de la aleación Al 7075 suministrada (% masa)

Zn	Mg	Cu	Cr	Fe	Si	Ti	Mn	Al
5,68	2,51	1,59	0,19	0,19	0,052	0,025	0,007	resto

- 7075-T6: estado de máxima dureza para esta aleación. Corresponde al estado de recepción de las chapas y se consigue tras una puesta en solución sólida a 465 °C durante 1 h, temple en agua a 40 °C máximo y posterior maduración artificial a 135 °C de 12 a 16 horas.
- 7075-S: en este estado se tiene la mayor proporción de átomos en solución sólida posible. Se obtuvo tras un calentamiento a 465°C durante 12-15 horas y un enfriamiento rápido con N₂ (8 bar).
- 7075-O: estado recocido obtenido tras 13h a 265°C y enfriamiento lento en el horno. En este estado se tiene una microestructura gruesa y sin solución sólida, por lo que se minimizan posibles procesos dinámicos, tales como nucleación y crecimiento de precipitados, durante el procesado por FSP.

2.2. PROCESADO

2.2.1. Procesado por extrusión en canal angular constante

El sistema de ECAP utilizado se muestra en la Figura 2.1. Consiste en una matriz de dos piezas en forma de “L” que se cierran utilizando 26 tornillos de alta resistencia. En su interior queda un espacio que alberga una “camisa” que compone el canal angular, de sección $10 \times 10 \text{ mm}^2$ con $2\phi = 90^\circ$ y un ángulo de alivio $2\psi = 0^\circ$. El criterio para elegir tales valores de 2ϕ y 2ψ fue el de obtener la mayor severidad posible en cada pasada. La camisa consta de dos piezas desiguales, siendo una el propio canal angular con las correspondientes dimensiones, abierto en un lateral, mientras que la otra pieza consiste en una tapa en la misma forma de “L” que la pieza anterior, que cierra y completa el canal. De esta forma el flujo de material a través de las juntas queda muy dificultado.

La varilla que comunica la carga a la probeta es de sección cuadrada, con dimensiones ligeramente inferiores a las del canal de entrada. La carga se aplicó sobre la varilla mediante una máquina de tracción universal *Servosis ME-405* de 10.000 kp de carga máxima. La velocidad de procesado de todas las pasadas realizadas fue 10 mm/min, siendo la longitud inicial de las probetas extruidas de 90 mm. En la Figura 2.2 se muestra el sistema ECAP acoplado a la máquina de tracción utilizada.

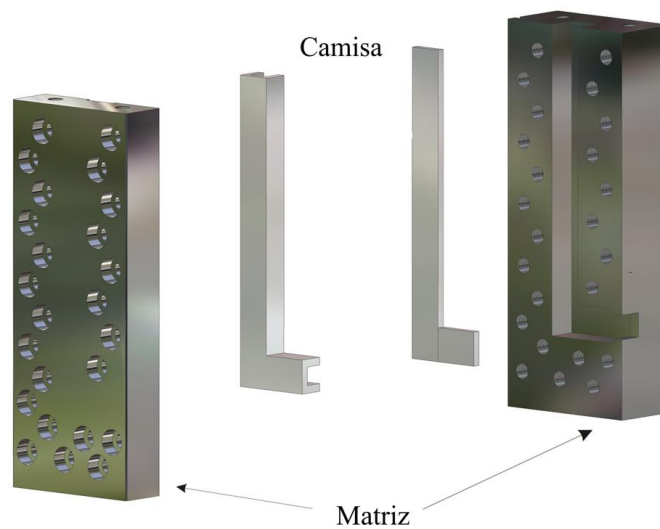


Figura 2.1. Sistema de ECAP compuesto por matriz y camisa.

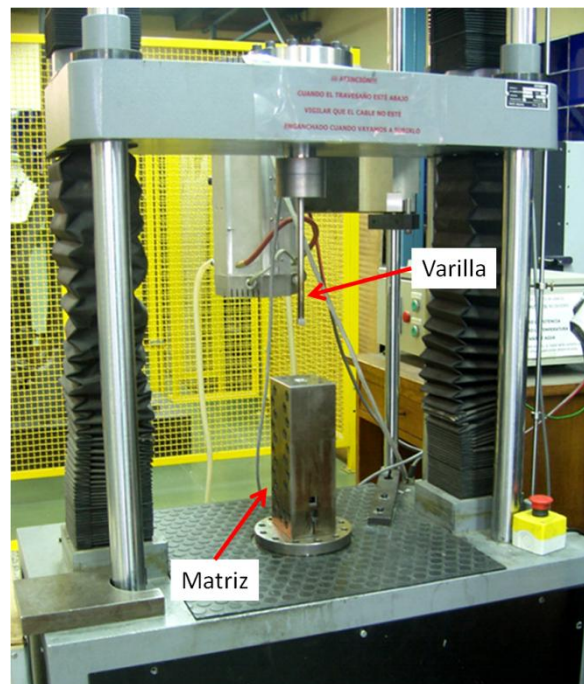


Figura 2.2. Sistema de ECAP utilizado durante la presente investigación.

El procedimiento seguido para realizar pasadas se ilustra en la Figura 2.3 y consiste en presionar y extraer una muestra con la siguiente muestra a procesar. La primera muestra, n1, se introduce en el canal vacío y se extruye (Figura 2.3.a y b). Una vez realizada la pasada, se extrae la varilla, se introduce la segunda muestra, n2 (Figura 2.3.c), y se realiza la segunda pasada (Figura 2.3.d). La extrusión de la segunda muestra sirve para extraer la muestra n1. A continuación se vuelve a extraer la varilla, se introduce la siguiente muestra, n3 (Figura 2.3.e), y de nuevo ésta se extruye. La muestra n2 es extraída del canal, teniendo ahora su aspecto exterior forma de romboedro. El

procedimiento continúa de este modo indefinidamente hasta el fin de la sesión de procesado. Las primeras muestras de cada sesión (n1 en la Figura 2.3), no se emplearon en la caracterización ya que la ausencia de rozamiento en el canal de salida implica un estado de tensión en la muestra n1 diferente a las muestras posteriores (n2 en adelante), con posibles implicaciones microestructurales.

Las posibles rutas de procesado por ECAP están relacionadas con el giro impuesto en la probeta entre las sucesivas pasadas y se muestran en la Figura 1.16. El procesado por ECAP se utilizó en la aleación Al-7%Si a temperatura ambiente. Las probetas se procesaron hasta 8 pasadas utilizando la ruta A. Siguiendo esta ruta la probeta se reintroduce en el canal de entrada en la misma posición que se introdujo en la pasada anterior, sin rotación de la muestra entre pasadas.

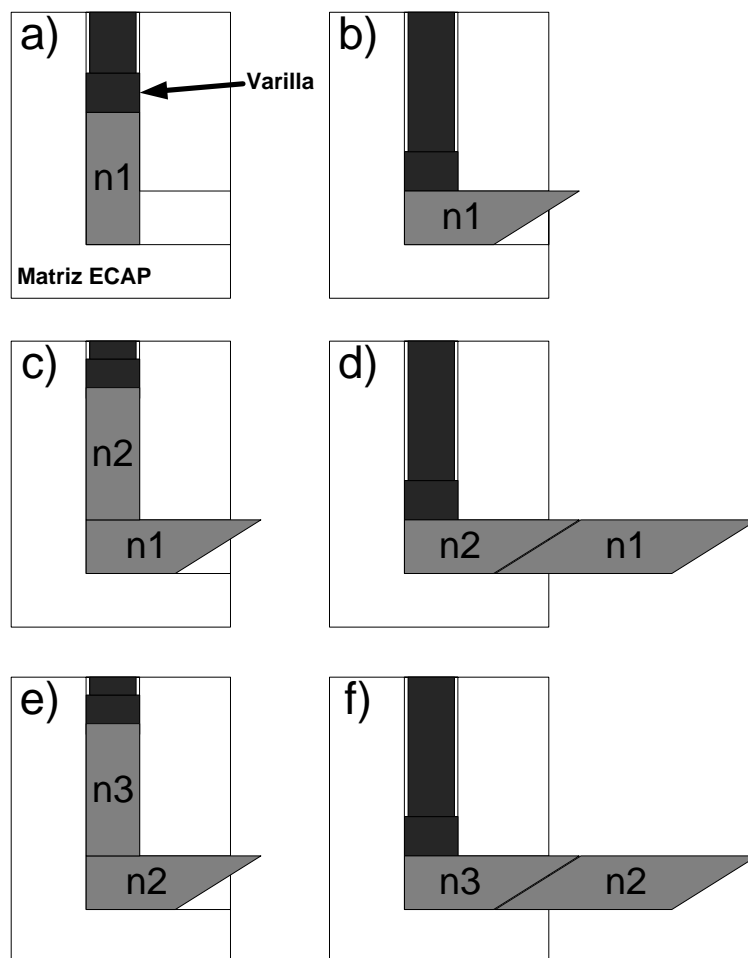


Figura 2.3. Esquema del procedimiento seguido para realizar el paso de sucesivas probetas a través del sistema ECAP.

2.2.2. Procesado por fricción batida de la aleación Al-7%Si

La aleación Al-7%Si fue procesada por fricción batida durante la estancia realizada en *Naval Postgraduate School, Monterey, California, EE.UU.* bajo la dirección del Prof. Terry McNelley. El equipo utilizado para tal propósito se muestra en la Figura 2.4. Consiste en una fresadora manual de la compañía Lagun con indicador de posición en eje x e y, cabezal inclinable, y movimiento de la mesa programable en tres ejes. Tras probar un amplio abanico de combinaciones de velocidad de avance, revoluciones e inclinación del cabezal, las condiciones apropiadas para la realización de los cordones en esta aleación fueron 2000 rpm, una velocidad de avance de 50,8 mm/min (2 pulg/min) y un ángulo de inclinación del cabezal de 2° con respecto a la dirección de avance del cordón. La herramienta de acero utilizada se muestra en la Figura 2.5. Consta de un punzón cilíndrico roscado de 3 mm de diámetro y 3mm de longitud concéntrico con el hombro, ligeramente cóncavo, de 10 mm de diámetro. La rosca del punzón genera un flujo descendente de material desde la zona interior del hombro hacia la zona inferior del punzón con el objetivo de evitar la aparición de defectos tipo túnel.

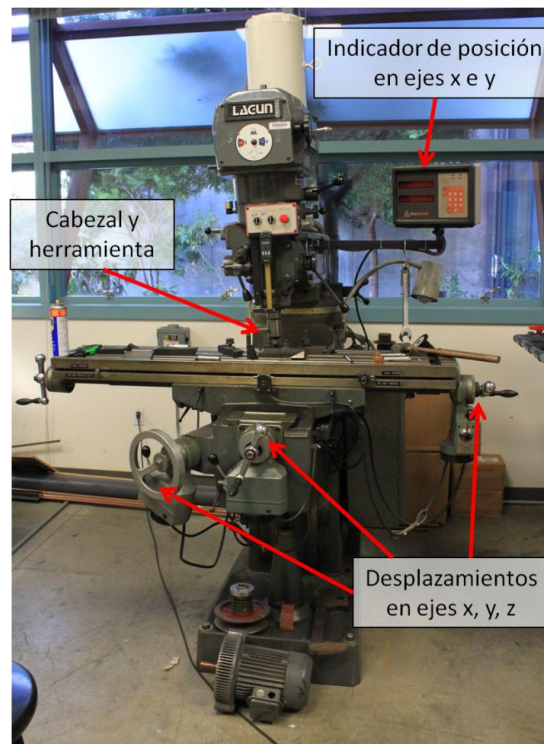


Figura 2.4. Fresadora universal Lagun utilizada para el procesado por fricción batida de la aleación Al-7%Si en Naval Postgraduate School, EE.UU.



Figura 2.5. Herramienta utilizada para el procesamiento por fricción batida de la aleación Al-7%Si.



Figura 2.6. Procesado por fricción batida de la aleación Al-7%Si

Las planchas de 13 x 5 x 1 cm fueron procesadas en toda la superficie mediante cordones solapados 1,5 mm realizados siempre en la misma dirección y sentido de avance, tal como se muestra en la Figura 2.6.

2.2.3. Procesado por fricción batida de la aleación Al 7075

El procesamiento por fricción batida fue realizado en las distintas estancias en el centro tecnológico AIMEN donde se dispone de un equipo de fricción batida MTS PDS-4 Intelligent-Stir, mostrada en la Figura 2.7. Este equipo está especialmente diseñado para llevar a cabo procesados y soldaduras mediante fricción batida. Puede

operar en control de fuerza o de posición y admite hasta cinco grados de libertad para poder hacer soldaduras con doble curvatura. Los espesores de chapa permitidos van desde 1 hasta 40 mm.

En la Figura 2.8 se muestra la herramienta utilizada para el procesado por FSP. La elección de dicha herramienta atiende a criterios de severidad en cuanto a la generación de un flujo de material complejo que proporcione un tamaño de grano lo más fino y desorientado posible. Esta herramienta está dotada de un punzón roscado con tres canaladuras (conocido como *three-flute threaded pin* en inglés). La rosca transporta material de la parte inferior del hombro a la zona inferior del punzón, favoreciendo la mezcla a la vez que se evitan posibles defectos en la zona inferior del punzón por un flujo de material insuficiente. Por su parte, las canaladuras consiguen disminuir el volumen del punzón con respecto a un punzón cilíndrico equivalente, reduciendo el valor de las cargas laterales y permitiendo alcanzar velocidades de avance mayores [130]. El hombro posee un surco en espiral (conocido como *scrolled shoulder* en inglés) que aumenta la cantidad de deformación impuesta por éste, generando mayor mezcla del material procesado y un acabado de gran calidad [131].



Figura 2.7. Equipo MTS PDS-4 Intelligent-Stir utilizada para el procesado mediante FSP de la aleación Al 7075.

El material del que está fabricado la herramienta es la superaleación MP159, cuya composición nominal se muestra en la Tabla 2.2. Esta superaleación posee una elevada resistencia mecánica, a la corrosión y al desgaste a elevadas temperaturas, propiedades necesarias para soportar con éxito las elevadas exigencias a las que fue sometida la herramienta durante el presente estudio.

El soporte de acero convencional sobre el que se procesa la muestra puede ser sustituido por un soporte de cobre refrigerado mediante nitrógeno líquido. Este segundo soporte proporciona una velocidad de enfriamiento mayor que la del soporte convencional. Su diseño consiste en un paralelepípedo de cobre dividido en tres zonas: una central maciza sobre la que se apoya la muestra para realizar el procesamiento y dos zonas huecas donde se inyecta nitrógeno líquido, situadas a ambos lados de la primera zona. Ambos tipos de soportes, mostrados en la Figura 2.9, fueron utilizados durante la presente investigación.

Tabla 2.2. Composición nominal de la superaleación MP159 utilizada en la herramienta de procesamiento por FSP en la aleación Al 7075.

Ni	Co	Cr	Fe	Mo	Ti	Nb	Al
25,5	35,7	19,0	9,0	7,0	3,0	0,6	0,2

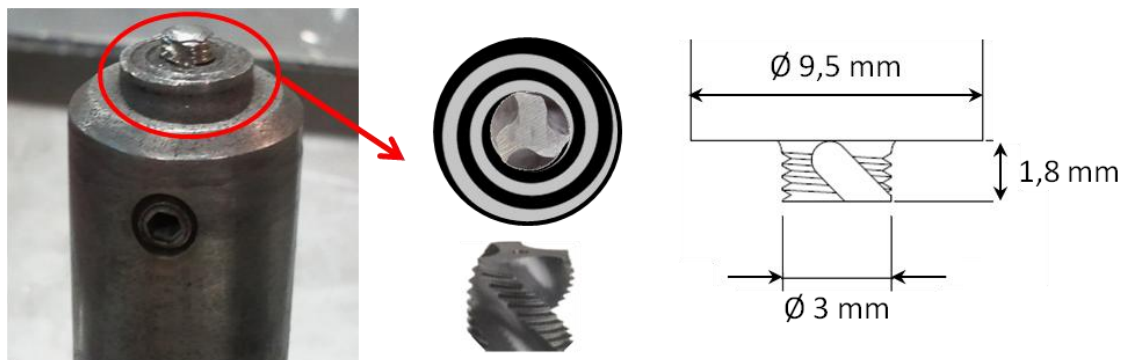
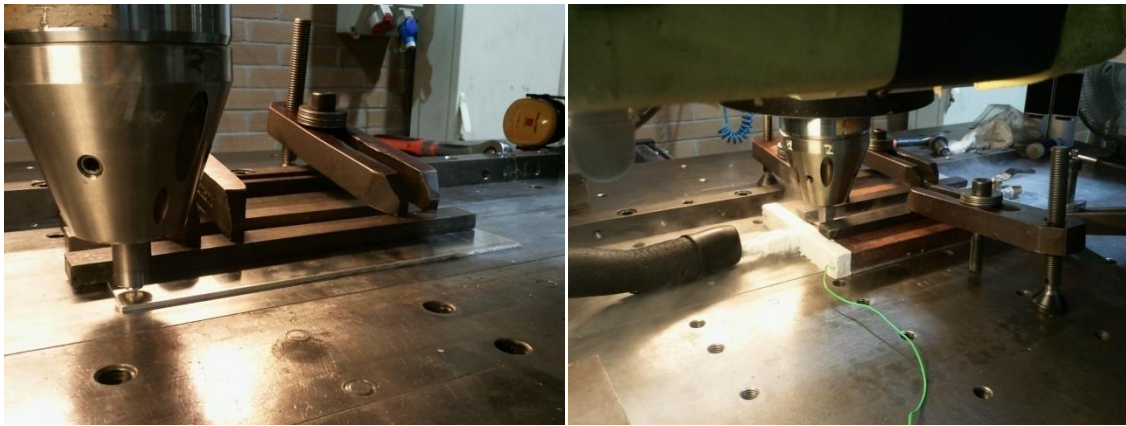


Figura 2.8. Herramienta de procesamiento mediante FSP de la aleación Al 7075, morfología del hombro y el punzón y dimensiones de la misma.



a)

b)

Figura 2.9. Soportes a) convencional de acero y b) cobre refrigerado mediante nitrógeno líquido utilizados para el procesamiento mediante FSP de la aleación Al 7075.

El procedimiento seguido para realizar el procesamiento consiste en introducir una programación en el equipo para realizar las etapas mostradas en la Figura 2.10:

a) Arranque y adecuación de la velocidad de giro de la herramienta (ω) al valor predeterminado.

b) Descenso de la herramienta hasta la introducción total del punzón en la chapa a procesar en la posición inicial X_0 . La herramienta se mantiene en esta posición unos instantes, plastificando el material inicial y asegurando que todo el punzón está en el interior de la chapa y que el hombro está en contacto con la superficie.

c) Desplazamiento de la herramienta desde el punto inicial, X_0 , hasta el final, X_f , a una velocidad de avance determinada, V , completando el cordón. Tanto los primeros centímetros de avance como los últimos se realizan con una respectiva aceleración/desaceleración. De esta manera se pretende minimizar las posibles tensiones producidas tanto en el inicio como en el frenado que podrían romper la herramienta. Las zonas de aceleración /desaceleración fueron desechadas para la caracterización y sólo se tuvieron en cuenta las zonas centrales donde se alcanza la velocidad estacionaria de procesamiento.

d) Una vez alcanzado el punto final, X_f , la herramienta se mantiene unos instantes en esta posición, de nuevo, para minimizar tensiones.

e) Por último se realiza la extracción de la herramienta.

Los parámetros de procesamiento elegidos se muestran en la Tabla 2.3, de tal forma que se tienen 8 condiciones de procesamiento para cada estado de partida de la aleación. El criterio seguido para la elección de estos parámetros de procesamiento atiende de nuevo a la búsqueda de la mayor severidad posible siempre que se obtengan cordones libres de defectos.

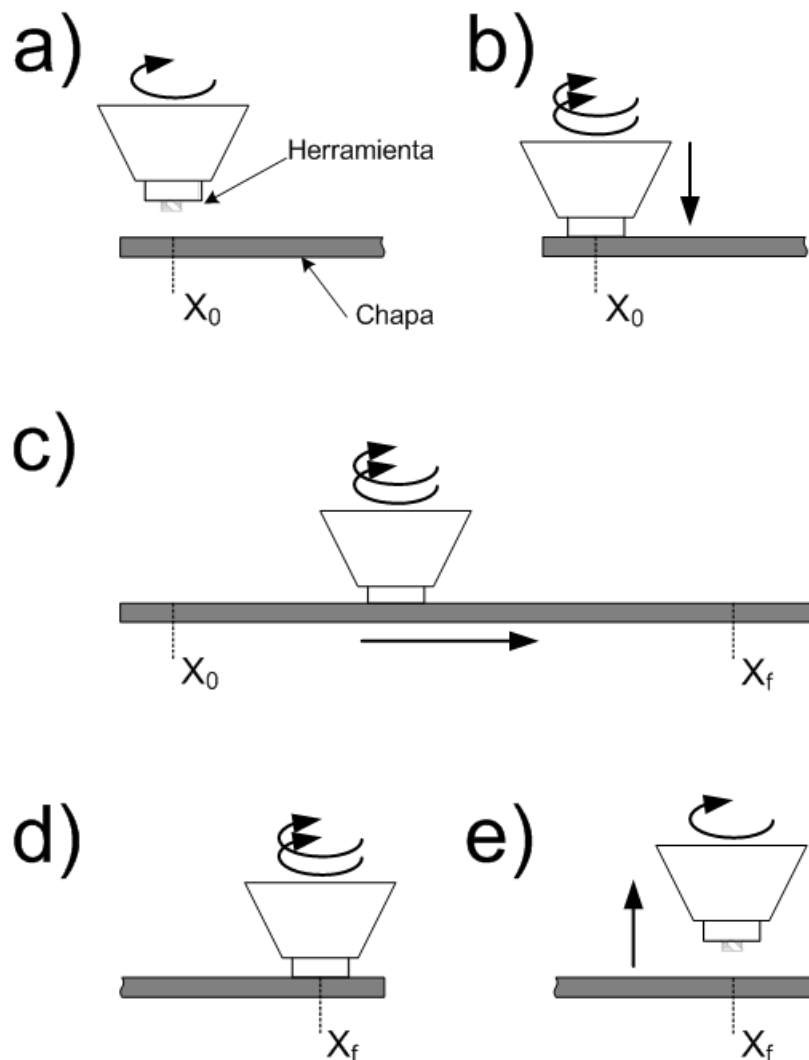


Figura 2.10. Esquema de las etapas seguidas en el procesamiento por FSP: a) arranque, b) descenso e introducción de la herramienta en el material, c) desplazamiento, d) frenado y e) extracción de la herramienta.

Tabla 2.3. Condiciones de procesamiento utilizadas en la aleación Al7075 procesada por FSP.

ω (rpm)	V (mm/min)	Soporte
1400	500	Acero convencional
		Cobre refrigerado con N ₂
1000	500	Acero convencional
		Cobre refrigerado con N ₂
1000	1000	Acero convencional
		Cobre refrigerado con N ₂
700	1000	Acero convencional
		Cobre refrigerado con N ₂

2.3. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

2.3.1. Elección de muestra

2.3.1.1. Probetas procesadas por ECAP

Las probetas obtenidas de la aleación Al-7%Si tras el procesamiento por ECAP poseen forma de paralelepípedo de sección cuadrada 10 x 10 mm². La observación de las muestras se ha realizado en la zona central de cada probeta para evitar efectos de fricción en la microestructura producidos en las zonas en contacto con el canal (Figura 2.11). Además se ha prescindido de los picos del principio y final, debido a la deformación heterogénea que sufren durante el procesamiento. Los cortes sobre las probetas se realizaron con una cortadora *Struers Accutom* equipada con un disco de diamante refrigerado, siguiendo el esquema mostrado en la Figura 2.11.

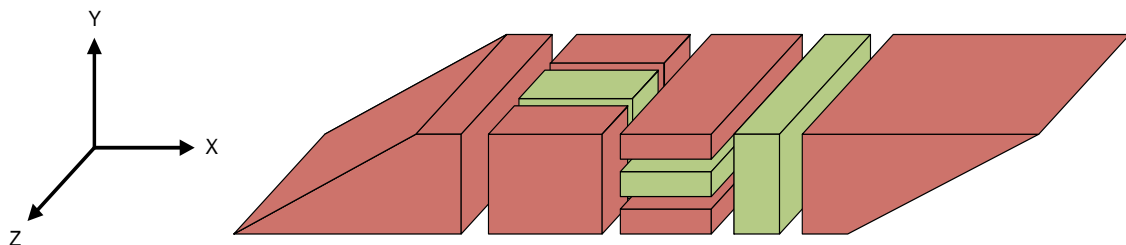


Figura 2.11. Esquema del mecanizado de probetas de Al-7%Si procesadas por ECAP para el estudio de la microestructura.

2.3.1.2. Probetas procesadas por FSP en la aleación Al-7%Si

Para el estudio microestructural de la aleación Al-7%Si tras el procesamiento por FSP se realizaron cortes transversales a los cordones. Los cortes, en verde en la Figura 2.12, corresponden por tanto al plano YZ. Los cortes fueron realizados en torno a la mitad de la longitud del cordón. De nuevo los cortes fueron realizados con una cortadora *Struers Accutom* equipada con un disco de diamante refrigerado. La observación en este plano permite la detección inmediata de defectos tipo túnel en el procesado, así como la observación de la redistribución del microconstituyente eutéctico.

2.3.1.3. Probetas procesadas por FSP en la aleación Al 7075

En la aleación Al 7075, el estudio microestructural tras el procesamiento por FSP se realizó en dos secciones. Por una parte se realizaron cortes transversales a los cordones en el plano YZ. Estas secciones se evaluaron en las primeras etapas de la investigación con el fin de determinar la calidad de los cordones procesados. Por otro lado, una vez asegurada la ausencia de defectos, la evaluación del tamaño de grano y desorientación fue realizada en el plano XY. Concretamente, se mecanizaron discos de 3 mm de diámetro y menos de 0,1 mm de espesor a 0,8 mm de profundidad con respecto a la superficie del cordón y situados en el eje de avance de la herramienta. De esta forma se evalúa la zona batida o *nugget*, zona de interés en los posteriores ensayos de tracción, tal como se mostrará en el apartado 2.4.3. Una representación esquemática del mecanizado de los discos para la observación del plano XY se muestra, en verde, en la Figura 2.13.

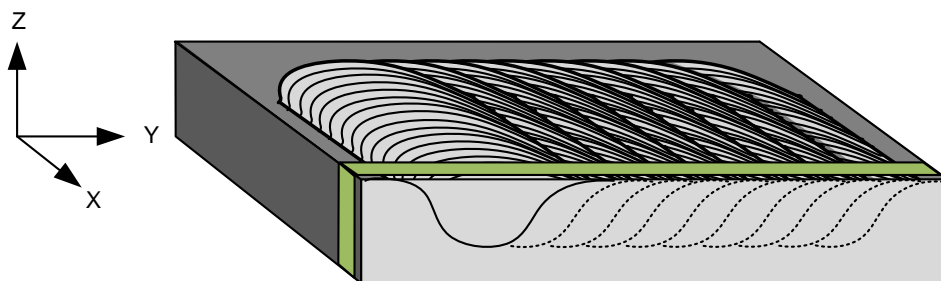


Figura 2.12. Esquema del mecanizado de probetas de Al-7%Si procesadas por FSP para el estudio de la microestructura en el plano YZ.

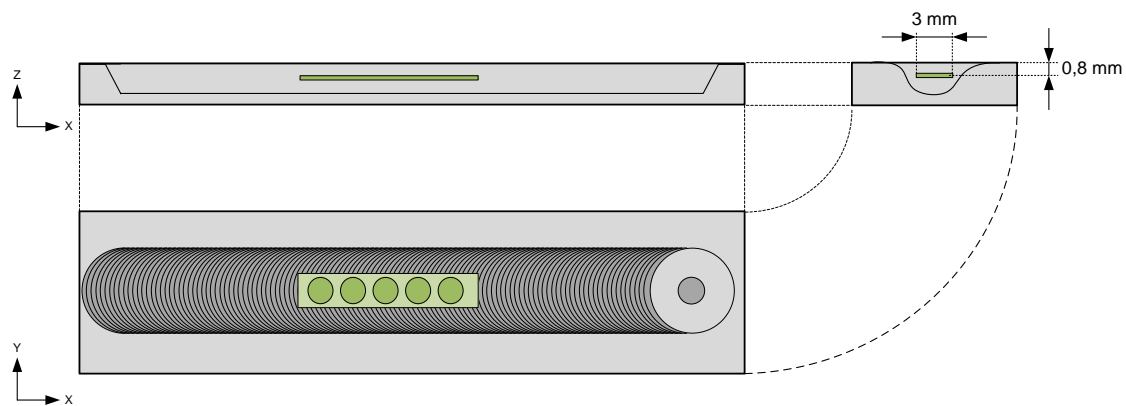


Figura 2.13. Esquema del mecanizado de probetas de Al 7075 procesadas por FSP para la evaluación de la microestructura en el plano XY.

2.3.1.4. Probetas ensayadas a tracción.

Las probetas de tracción mecanizadas a partir de las muestras obtenidas del procesado se ensayaron a intermedias y altas temperaturas. Con objeto de observar los posibles cambios microestructurales en el material durante el ensayo, se analizaron dos zonas de las probetas, tal como muestra la Figura 2.14. La primera es la zona de la mordaza, donde el material sufre únicamente el aumento de temperatura propio del ensayo, sin sufrir deformación. Por otro lado, se evaluó la zona deformada, donde el material se ve afectado no sólo por la temperatura sino también por la deformación impuesta.

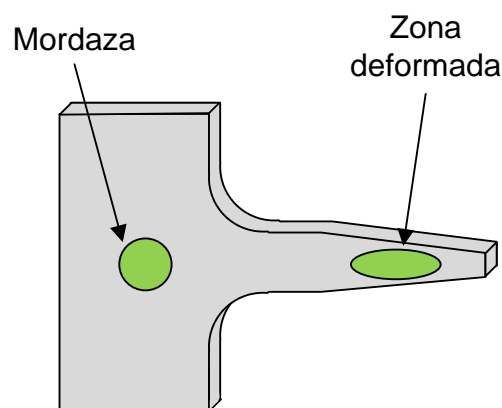


Figura 2.14. Zonas de observación de la microestructura de las probetas ensayadas a tracción en la presente investigación.

2.3.2. Microscopía óptica

La microscopía óptica, MO, se utilizó principalmente para la caracterización de la redistribución del constituyente eutéctico durante el procesado por ECAP y FSP de la aleación Al-7%Si. En el caso de la aleación Al 7075, la MO fue utilizada para la caracterización de los grandes granos del material de partida así como para la evaluación de defectos en los cordones obtenidos mediante FSP. El microscopio utilizado es un *Olympus BH-2* equipado con una cámara digital.

La preparación metalográfica para MO se realizó mediante métodos de desbaste y pulido convencionales. Para el desbaste se utilizaron papeles abrasivos con granulometrías decrecientes, hasta 2000 gritt. Para el pulido mecánico se utilizó pasta de diamante de 6 y 1 μm . El pulido final se realizó con una suspensión de partículas de sílice coloidal de 0,05 μm . Además, para la aleación Al 7075 se realizó tras el pulido un ataque químico mediante inmersión en reactivo Barker (5ml HBF_4 (48%), 200 ml H_2O) para un apropiado revelado de las fronteras de grano en las macrografías de cordones procesados y mediante el reactivo Keller (95% agua + 2,5% HNO_3 + 1,5% HCl + 1% HF) en el caso del estudio de la microestructura de los materiales de partida.

2.3.3. Microscopía electrónica de barrido

La microscopía electrónica de barrido se utilizó para caracterizar la evolución microestructural del Al primario durante la deformación plástica severa en la aleación Al-7%Si, así como el tamaño de grano utilizando electrones retrodispersados. Los electrones retrodispersados se difractan diferentemente en cada (sub)grano y proporcionan imágenes de la microestructura por contraste cristalográfico. En el caso de la aleación Al 7075 la microscopía electrónica de barrido se utilizó también para caracterizar la topografía de las muestras tras ser ensayadas a tracción empleando electrones secundarios.

Se utilizaron dos microscopios electrónicos de barrido con filamento de emisión de campo tipo Schottkey: un *JEOL JSM 6500 F* (CENIM-CSIC) con una resolución teórica de 1,5 nm a 15kV y un Zeiss Neon 40 (NPS-EE.UU) con una resolución teórica de 1,1 nm a 30 kV. Para la caracterización topográfica de la aleación Al 7075 se utilizó un *HITACHI ColdFEG S-4800* (CENIM-CSIC) con una resolución teórica de 1 nm a

15kV. La preparación metalográfica para MEB se realizó con los mismos métodos de desbaste y pulido convencionales hasta la suspensión de sílice coloidal de $0,05\ \mu\text{m}$ empleados para MO. En el caso de la observación de muestras ensayadas a tracción la preparación metalográfica se realizó previa a los ensayos.

2.3.4. Difracción de electrones retrodispersados

La difracción de electrones retrodispersados (EBSD) es una técnica de caracterización cristalográfica y microestructural. Permite conocer la orientación y la ubicación espacial de los granos individuales de la muestra basándose en la detección y análisis automatizado de patrones de difracción formados por líneas de Kikuchi.

La formación de las líneas de Kikuchi se produce cuando un haz incidente de electrones interacciona con la muestra sufriendo, primero una dispersión elástica según la ley de Bragg y luego una dispersión inelástica. Estos electrones son difractados, en torno al correspondiente ángulo de Bragg (θ_{hkl}), formando dos conos casi planos por cada familia de planos, denominados conos de Kossel. La intersección de cada par de conos en la pantalla de fósforo del sistema EBSD da lugar a dos líneas paralelas llamadas líneas de Kikuchi. El conjunto de pares de líneas formado por la difracción en diferentes planos se denomina diagrama de difracción de electrones retrodispersados o diagrama de Kikuchi, y contiene la información relativa a la estructura y orientación de la red cristalina. En la Figura 2.15.a se esquematiza la formación de un par de líneas de Kikuchi, mientras que en la Figura 2.15.b se muestra un diagrama de Kikuchi.

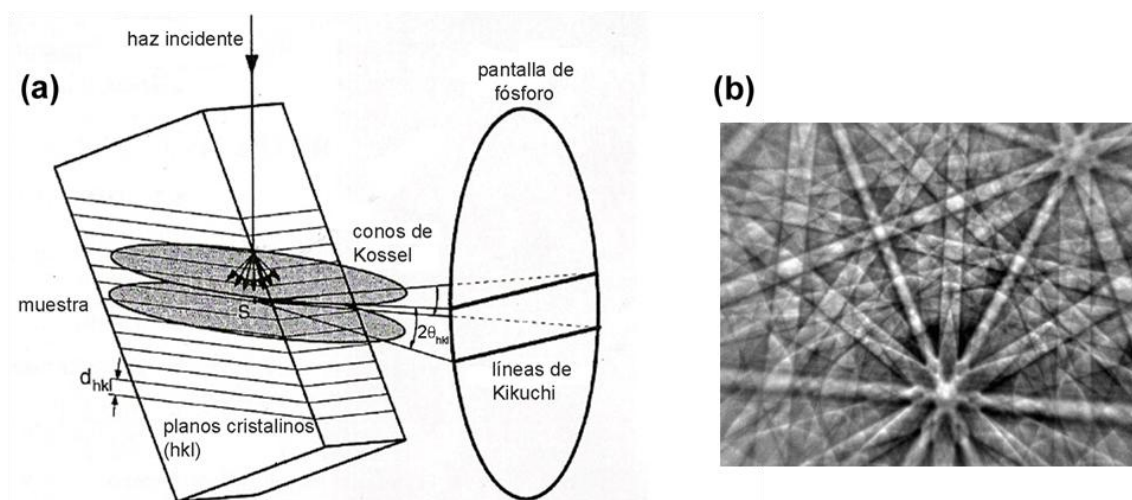


Figura 2.15. (a) Formación de pares de líneas de Kikuchi y (b) diagrama de Kikuchi.

El dispositivo experimental de la técnica EBSD consta de un microscopio electrónico de barrido, una cámara CCD, una pantalla de fósforo y un ordenador provisto de un software de detección y análisis automático de datos. El haz de electrones incide formando un ángulo de $\sim 70^\circ$ con la superficie de la muestra y se va desplazando sobre ésta automáticamente. Los electrones difractados en cada punto analizado forman un diagrama de difracción, tal como se ha indicado en el párrafo anterior. Una vez digitalizada y capturada la imagen del diagrama, el software detecta las líneas de mayor intensidad y las asocia los correspondientes planos cristalográficos, determinando así la orientación del punto analizado [132].

La técnica EBSD se utilizó en la aleación Al-7%Si en las muestras recién procesadas por ECAP y FSP, así como tras la realización de ensayos de tracción a alta temperatura de las mismas. Los mapas EBSD de esta aleación se realizaron durante la estancia en la *Naval Postgraduate School, Monterey, California, EE.UU.* El microscopio utilizado fue un Zeiss Neon 40, descrito en el apartado 2.3.3., que cuenta con el correspondiente módulo EBSD. La adquisición de los datos se realizó mediante el software TSL-OIM de EDAX y el análisis con el software Channel 5 de Oxford.

En el caso de la aleación Al 7075 la técnica EBSD se utilizó en los cordones procesados por FSP en aquellas condiciones de procesado que proporcionan los tamaños de grano mayores. En el caso de las condiciones más severas, la gran deformación y el pequeño tamaño de grano dificultó la adquisición de mapas de calidad. El microscopio de barrido empleado fue el JEOL JSM 6500 F descrito en la sección anterior, operando a una tensión de aceleración de 20 kV y a una distancia de trabajo de 15 mm. La adquisición y tratamiento de datos se realizó con el software Channel 5 de Oxford. Para cada muestra se representó la orientación en cada punto analizado, obteniéndose un mapa cristalográfico de la microestructura o mapa de orientaciones (orientation image mapping, OIM). La representación se hizo mediante niveles de rojo, verde y azul, proporcionales a los tres ángulos de Euler. Las fronteras con desorientación entre 2° y 15° se definieron como fronteras de bajo ángulo o LABs (*low angle boundaries*) y las fronteras con desorientación superior a 15° se definieron como fronteras de alto ángulo o HABs (*high angle boundaries*). Las primeras se representaron en color blanco y las segundas en color negro. Además, la orientación cristalográfica en cada punto analizado se representó en una figura de polos. Se emplearon longitudes de

paso que permitieran obtener la información adecuada para los fines requeridos en tiempos razonables.

El ángulo de desorientación media (θ) asociado a cada mapa se calculó como la media aritmética de la desorientación medida en cada punto analizado con respecto a sus vecinos más próximos. No se tuvieron en cuenta los ángulos menores de 2° , debido a que la limitada resolución angular de la técnica conduce a una elevada imprecisión en la medida de las desorientaciones de ángulo muy bajo.

La preparación de las muestras utilizadas para la caracterización mediante EBSD fue la misma que se utilizó en la caracterización por microscopía electrónica de transmisión (TEM) y su preparación se describe en el apartado 2.3.5.

2.3.5. Microscopía electrónica de transmisión

La microscopía electrónica de transmisión, MET, se empleó para determinar el estado de los precipitados y para caracterizar la estructura de celda/(sub)grano del material procesado por FSP. La inspección por MET se realizó siempre en el plano descrito en 2.3.1.3.. El microscopio electrónico de transmisión empleado fue un JEOL JEM 2000 FX II operando a 200 kV. La resolución teórica del microscopio es de 0,25 nm entre puntos y de 0,14 nm entre líneas. La adquisición de imágenes se realizó en campo claro.

Las muestras de MET consistieron en discos de 3 mm de diámetro. La extracción de los discos de la muestra previamente adelgazada se realizó mediante la aplicación de un golpe seco a la muestra, previamente adelgazada con lija de SiC de granulometría 600 gritt a un espesor máximo de 500 μm , en una cizalla provista de un orificio de dicho diámetro. Posteriormente, se rebajó el espesor de los discos hasta un espesor máximo de 100 μm , con la ayuda de un portamuestras, empleando lija de SiC de granulometría 1600 gritt. El acabado final de las muestras consistió en pulido electroquímico hasta detectar el paso de la luz a través de las mismas. El pulido electroquímico se realizó en una pulidora *Struers Tenupol 5* operando a 12 V y -25°C en un electrolito consistente en una solución 30% HNO_3 + 70% CH_3OH .

Las medidas de tamaño de celda/(sub)grano se realizaron a partir de micrografías MET sin tener en cuenta el carácter de las fronteras. Para ello se realizó un análisis de imagen utilizando el software *SigmaScan 4.0* gracias al cual se obtuvieron valores de eje

mayor (D) y menor (d) de cada celda/(sub)grano, así como el diámetro de Feret (D_F), y la relación de aspecto (RA) como $RA = d/D$.

2.3.6. Técnica ACOM-MET

La novedosa técnica ACOM-MET (las siglas ACOM corresponden a *Automated Crystallographic Orientation Mapping*, identificación automática de orientaciones cristalográficas) permite realizar un análisis de la microtextura mediante la identificación automática de patrones de difracción de Bragg [133-138]. Como se mencionó, en el caso de las condiciones más severas, la gran deformación y el pequeño tamaño de grano impidieron la adquisición de mapas EBSD. Sin embargo, la técnica ACOM-MET permite la medida de desorientaciones en materiales de grano ultrafino e incluso en materiales con altas densidades de dislocaciones y tensiones internas. Se debe tener en cuenta que las tensiones internas debilitan los diagramas de Kikuchi y dificultan su identificación. En estos casos se prefieren los diagramas de Bragg por ser menos sensibles a la deformación.

Los mapas ACOM-MET fueron realizados en colaboración con el Prof. E.F. Rauch del INPG Grenoble, quien ha sido el desarrollador pionero de esta potente herramienta [134]. Merece la pena destacar la importancia de estos datos y la escasa disponibilidad de la técnica a nivel mundial. Gracias a esta técnica, dada la finura de las microestructuras obtenidas, ha sido posible realizar una completa caracterización microestructural de vital importancia para la comprensión de la relación procesamiento-microestructura-propiedades mecánicas en las aleaciones estudiadas.

El montaje experimental se esquematiza en la Figura 2.16. Con un ordenador se automatiza el movimiento del haz de electrones y del almacenamiento de las imágenes de los diagramas de difracción. Del mismo modo que en equipos EBSD, el haz de electrones realiza un barrido en el área seleccionada de la muestra con un paso definido que depende de la microestructura a analizar. En cada punto, la cámara CCD recoge el diagrama de difracción correspondiente que se digitaliza y almacena en el ordenador.

Una vez concluida la adquisición, tiene lugar el proceso de identificación de las orientaciones cristalográficas correspondientes a cada punto del área barrida.

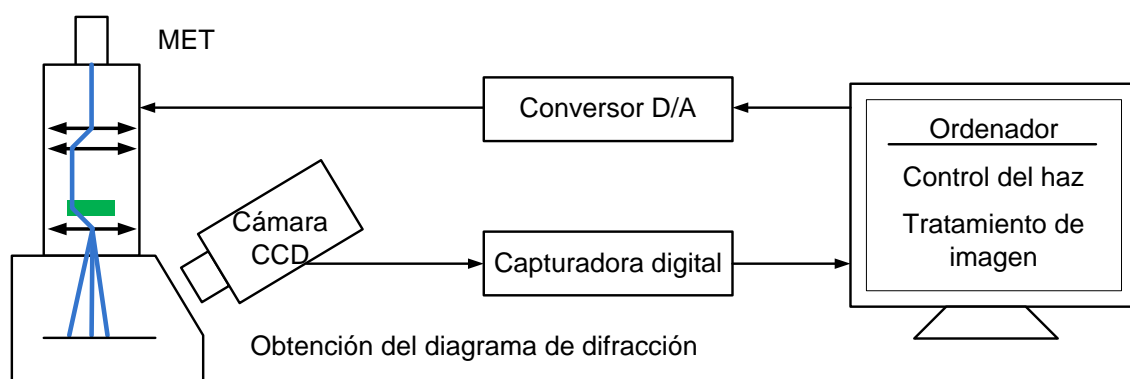


Figura 2.16. Representación esquemática del sistema ACOM-MET [138].

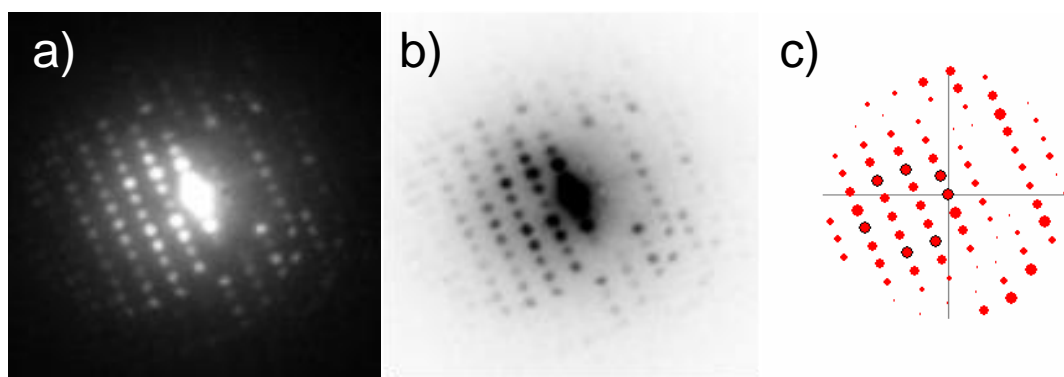


Figura 2.17. Proceso de (a) adquisición, (b) inversión y (c) optimización e identificación de los diagramas de difracción en la técnica ACOM-MET.

El procedimiento se realiza mediante un software de fabricación propia (Prof. E.F. Rauch, SIMAP-CNRS) y se esquematiza en la Fig. 2.17. Las imágenes adquiridas (Fig. 2.17.a) se invierten y se optimiza su calidad (Fig. 2.17.b). La identificación se realiza mediante comparación de las imágenes optimizadas con una base de datos formada por plantillas de patrones de difracción de Bragg previamente generadas [135]. Con tan sólo unas 2000 plantillas de patrones previamente simuladas se puede obtener una resolución angular de 1° [137]. La comparación de una imagen adquirida y una plantilla (i) se basa en la posición e intensidad de los picos de difracción, de modo que el grado de identificación viene dado por el índice de correlación Q , según la Ecuación. 2.1 [134].

$$Q(i) = \frac{\sum_{j=1}^m P(x_j, y_j) T_i(x_j, y_j)}{\sqrt{\sum_{j=1}^m P^2(x_j, y_j)} \sqrt{\sum_{j=1}^m T_i^2(x_j, y_j)}} \quad (2.1)$$

donde (x_j, y_j) es la posición de un pico de difracción (j), P es la intensidad del pico en el diagrama adquirido, y T_i es la intensidad del mismo pico en la plantilla (i). Después de la comparación, la plantilla (i) que mayor índice $Q(i)$ muestre, es elegida como representativa de la orientación cristalográfica. En la Fig. 2.18.c se muestran superpuestos un diagrama adquirido y la plantilla correspondiente después de la correlación. El resultado final tras la identificación de todos los puntos de la imagen analizados es un mapa de orientaciones similar a los obtenidos mediante la técnica EBSD.

La técnica ACOM-MET se utilizó en la caracterización de la microtextura de muestras de Al 7075 procesadas por FSP. El trabajo se realizó en un microscopio JEOL 3010 a 300 kV equipado con filamento de LaB_6 . El diámetro de haz típico es de 20-50 nm. Se adquieren imágenes de 400x400 píxel de tamaño a una velocidad de 10-25 patrones por segundo. La técnica ACOM-MET es capaz de resolver estructuras de (sub)grano con tamaños de hasta 100 nm y desorientaciones $\sim 1^\circ$.

2.4 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA

2.4.1. Ultramicroindentación instrumentada

La ultramicroindentación instrumentada se utilizó para obtener valores de dureza Berkovich y módulo elástico en la aleación Al 7075. Se determinó la dureza con el objetivo de evaluar la resistencia a la deformación plástica a temperatura ambiente del material de partida y del material procesado por FSP. Los perfiles de dureza permitieron evaluar el grado de homogeneidad de la microestructura en el material procesado.

Los ensayos de ultramicroindentación se realizaron en un equipo Nanotest 600 de la casa comercial Micromaterials (Figura 2.18). El equipo registra valores de carga (P) en función del desplazamiento (h) durante el ciclo de medida, compuesto de una etapa de carga, una etapa a carga constante y una etapa de descarga. Durante la carga se produce una deformación de naturaleza tanto elástica como plástica.

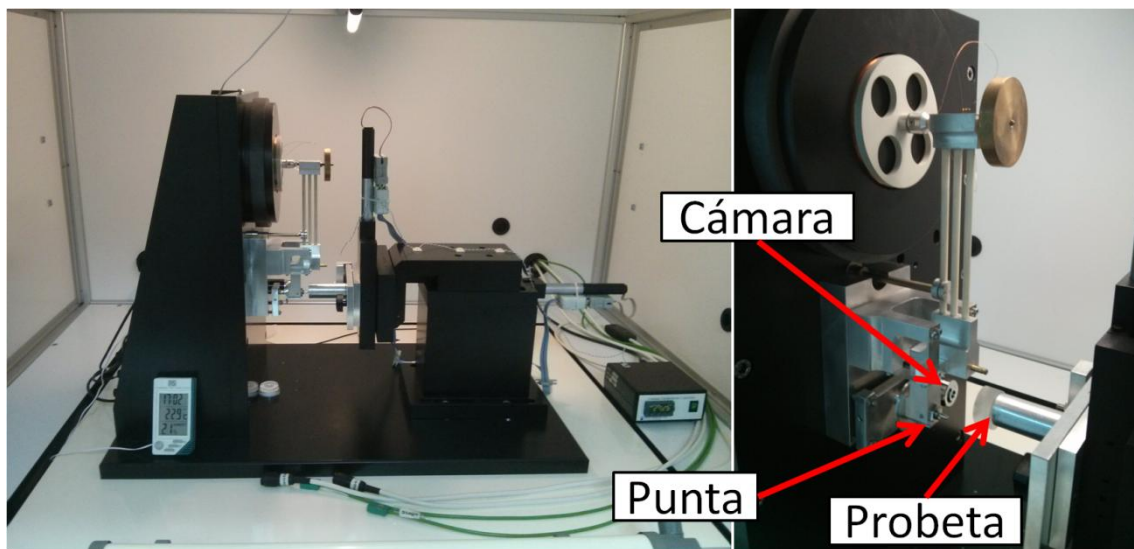


Figura 2.18. Equipo de ultramicroindentacion

En la etapa de mantenimiento de la carga se pretende observar fenómenos de fluencia (o continuación de deformación plástica) en caso de ser apreciables a la temperatura de ensayo. Por último, durante la descarga, tan solo se recupera la deformación elástica impuesta previamente.

Las probetas utilizadas para la caracterización por ultramicroindentación fueron cortes transversales en la aleación Al 7075 tanto de las chapas de partida como de los cordones procesados por FSP. Las probetas fueron embutidas en resina epoxi y preparadas siguiendo las etapas convencionales de desbaste y pulido terminando con sílice coloidal.

Para cada condición de procesado se realizó una batería de ensayos consistente en una matriz de indentaciones ($P_{\max} = 3 \text{ N}$, $t = 30 \text{ s}$) separadas entre sí como mínimo tres veces el diámetro de la indentación para evitar interferencias entre sus zonas de deformación. De esta forma se obtienen perfiles de dureza en todas las zonas del cordón.

2.4.2. Tratamiento de las curvas de ultramicroindentación

El análisis de las curvas P-h se realizó según el modelo propuesto por Oliver y Pharr en [139-140]. En la Figura 2.19.a se muestra una representación esquemática de una curva típica carga-desplazamiento, P-h, obtenida en este tipo de ensayos. Como se puede observar, es la etapa de descarga por su naturaleza puramente elástica la que permite la obtención de los parámetros necesarios para el cálculo de la dureza. Los

parámetros a tener en cuenta son la carga máxima (P_{\max}), el desplazamiento máximo (h_{\max}) y la rigidez (S). La rigidez se define como la pendiente de la curva en el inicio de la descarga, $S = dP/dh$. En la Figura 2.19.b se muestra esquemáticamente un corte transversal de una huella de indentación y el significado físico de otros parámetros importantes en los cálculos. Estos son la profundidad final (h_f), consistente en la profundidad de la huella permanente después de que el indentador se retire totalmente; la cantidad de hundimiento (h_s), definida como la distancia entre la superficie inicial del material y la primera zona que contacta con el indentador en estado de carga máxima y cuyo valor se extrae de $h_s = \epsilon \cdot P_{\max}/S$, donde ϵ es una constante que depende de la geometría del indentador y que para una punta tipo Berkovich vale $\epsilon = 0,72$; la profundidad total en contacto entre el indentador y el material (h_c) puede obtenerse de $h_c = h_{\max} - h_s = h_{\max} - \epsilon \cdot P_{\max}/S$; el valor de área (A) de la huella en estado de carga máxima es por tanto una función $A = f(h_c)$ que debe estar correctamente calibrada. El cálculo de la dureza por tanto es el cociente $H = P_{\max}/A$.

2.4.3. Ensayos de tracción uniaxial

Se realizaron ensayos de tracción uniaxial para evaluar las propiedades mecánicas de la aleación a temperaturas intermedias y altas. Los ensayos se han llevado a cabo en dos máquinas hidráulicas universales de ensayos mecánicos: una *Instron 1362* y una *Servosis ME-405*.

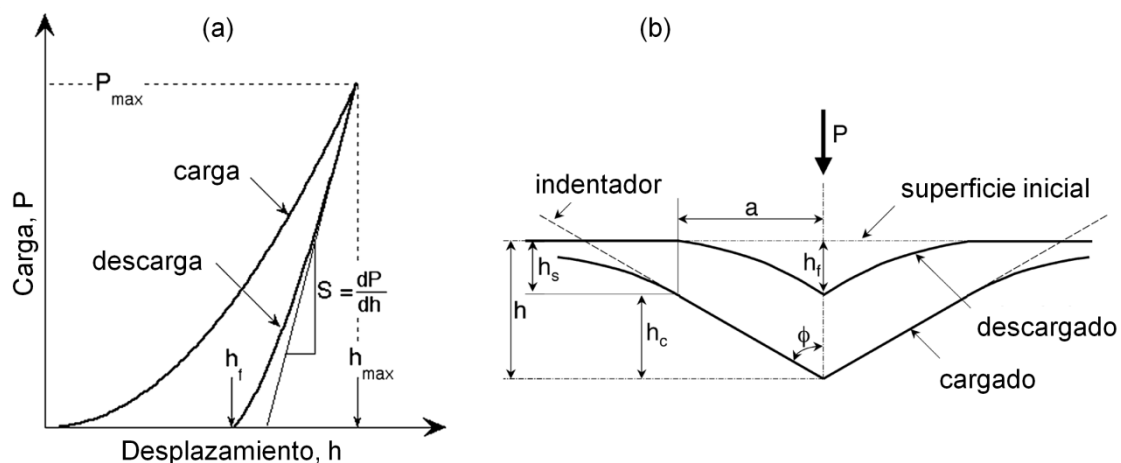


Figura 2.19. (a) Curva P-h típica de un ensayo de indentación (b) perfil de una indentación esquematizando los parámetros necesarios para el cálculo de dureza y módulo elástico.

En los ensayos a altas temperaturas, las probetas se calentaron mediante un horno de radiación elíptico, equipado con cuatro lámparas de cuarzo, capaz de alcanzar y estabilizar temperaturas en menos de 20 min.

En la Figura 2.20 se muestra un esquema de la probeta utilizada en los ensayos del material procesado por ECAP.

Por su parte, en la Figura 2.21 se muestra el esquema de mecanizado de probetas de tracción a partir de una muestra de ECAP. Las probetas planas se mecanizaron paralelas al plano Z con su eje de tracción paralelo a la dirección de salida de la probeta de ECAP (eje X). Para evitar los efectos de la fricción en las paredes laterales del canal del ECAP se desecharon 0,5 mm de material a cada lado de muestra de ECAP. De cada muestra de ECAP se extrajeron por electroerosión un total de diez probetas de tracción.

En el caso del material procesado por FSP las probetas de tracción planas tienen las dimensiones mostradas en la Figura 2.22. Las probetas se mecanizaron de tal forma que el eje axial coincida con el eje de avance de la herramienta y toda la zona de trabajo contenga la zona batida o *nugget* (zona coloreada en la Figura 2.22). Para tal fin, el esquema de mecanizado realizado se muestra en la Figura 2.23.

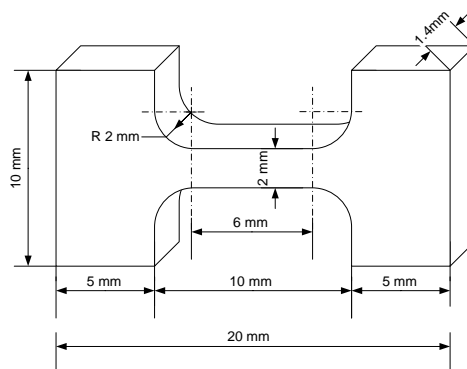


Figura 2.20. Esquema y dimensiones de las probetas de tracción utilizadas en los ensayos del material procesado por ECAP.

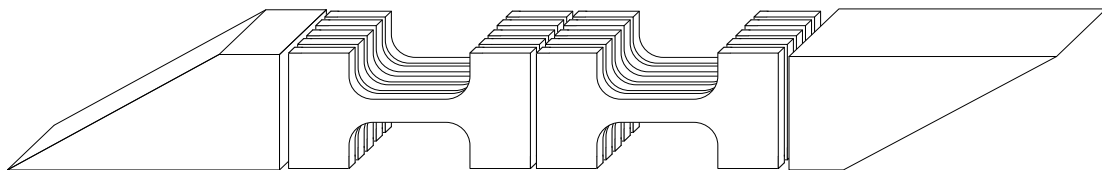


Figura 2.21. Esquema de mecanizado de las probetas planas a partir de las muestras de ECAP.

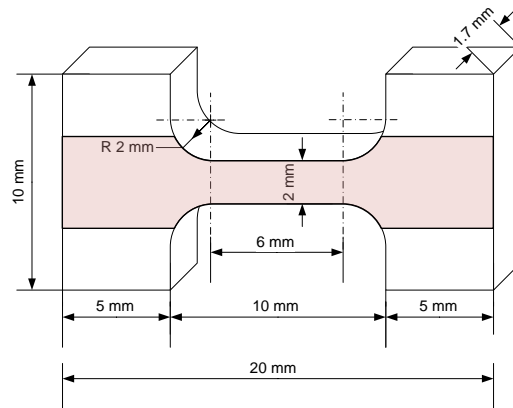


Figura 2.22. Esquema y dimensiones de las probetas de tracción utilizadas en los ensayos de tracción del material procesado por FSP.

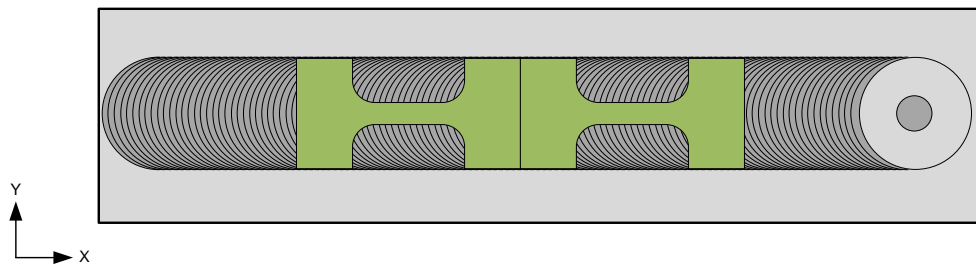


Figura 2.23. Esquema de mecanizado de las probetas de tracción en FSP.

2.4.4. Tratamiento de las curvas de tracción

Las curvas de los ensayos de tracción se guardan en datos de Fuerza-desplazamiento. Se convirtieron los datos $F-d$ a curvas de tensión-deformación verdaderos ($\sigma-\epsilon$). La conversión se llevó a cabo de acuerdo con las Ecuaciones (2.2) y (2.3).

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{S_0} (1 + e) \quad (2.2)$$

$$\epsilon = \ln(1 + e) \quad (2.3)$$

donde S_0 es la sección de las probetas antes de los ensayos y e es el alargamiento plástico de la probeta durante el ensayo, que viene dado por la Ecuación (2.4):

$$e = \frac{L - L_0}{L_0} \quad (2.4)$$

donde $L_0 = 6$ mm y L es la longitud de la probeta de tracción durante el ensayo.

Para estudiar las propiedades mecánicas a temperaturas intermedias y altas se han realizado ensayos a velocidad de deformación constante y ensayos con cambios en la velocidad de deformación en un intervalo de 200 – 450°C.

A partir de las curvas de tracción a velocidad de deformación constante se extrajeron los siguientes parámetros mecánicos: límite elástico ($\sigma_{0.2}$), definido como la tensión para $e = 0.2\%$, resistencia máxima (σ_{\max}), definida como el valor máximo de tensión en la curva, alargamiento uniforme (e_u), definido como el alargamiento plástico en σ_{\max} , y alargamiento a rotura (e_f), definido como el alargamiento plástico en el punto de rotura de la muestra. Este último parámetro se utilizó como indicador de la ductilidad.

En el caso de los ensayos con cambios en la velocidad de deformación, se extrajeron los pares $\dot{\epsilon} - \sigma$ característicos de la microestructura estudiada. Estos datos permiten obtener parámetros característicos del mecanismo de deformación operante, tales como exponentes de la tensión, n , y energías de activación, Q , de forma fiable, rápida y con poco material. Estos parámetros han sido calculados directamente a partir de los pares $\dot{\epsilon} - \sigma$ experimentales, de acuerdo con las Ecuaciones (2.5) y (2.6), por lo que se denominaron exponentes de la tensión y energías de activación aparentes (n_{ap} y Q_{ap} respectivamente).

Los valores de n_{ap} se calcularon según la siguiente expresión:

$$n_{ap} = \left[\frac{\Delta \log \dot{\epsilon}}{\Delta \log \sigma} \right]_{T=\text{cte}} \quad (2.5)$$

Por su parte, los valores de Q_{ap} se calcularon según la expresión:

$$Q_{ap} = n_{ap} R \left[\frac{\Delta \ln \left(\frac{\sigma}{E} \right)}{\Delta \left(\frac{1}{T} \right)} \right]_{\dot{\epsilon}=\text{cte}} \quad (2.6)$$

donde $R = 8.31$ J/mol es la constante universal de los gases y E es el módulo de Young. En el caso del aluminio, el valor de E y su dependencia con T vienen recogidos en [141].

3. ALEACIÓN Al-7%Si

3. ALEACIÓN Al-7%Si

3.1. PROCESADO DE LA ALEACIÓN Al-7%Si

3.1.1. Procesado por ECAP

La aleación Al-7%Si de colada fue procesada mediante ECAP a temperatura ambiente. La ruta de procesado elegida fue la ruta A, que implica la reinserción de la probeta en el canal en las sucesivas pasadas en la misma posición en la que se ha extraído (Figura 1.16.a), siendo una deformación monótona.

Como se verá más adelante, durante la solidificación de la colada de la aleación de partida, una pequeña fracción de Si queda retenida en solución sólida en el microconstituyente primario. El valor de dicha fracción depende de la velocidad de enfriamiento tras la colada y afecta al afino de grano producido durante el posterior procesado por ECAP. Para evidenciar este hecho, otra serie de probetas fue sometida a un tratamiento térmico tras la colada para disminuir al máximo la presencia de Si en solución sólida. Para ello, las probetas se calentaron a 540 °C durante 20 horas para ser posteriormente enfriadas lentamente, a razón de 50 °C/hora. Estas muestras se designarán "S", mientras que aquellas procedentes directamente de la colada se denominarán "C". Es de esperar, debido a la presencia de Si en solución sólida en la aleación de colada "C", un mayor afino microestructural y por tanto mejores propiedades mecánicas y mayor estabilidad térmica que en el caso de la "S", por lo que será el material analizado en detalle en la presente investigación.

Puesto que la matriz de ECAP está acoplada a una máquina de tracción universal, se registró la fuerza aplicada (F) frente al desplazamiento del travesaño de la máquina (d) en todas las pasadas. En la Figura 3.1 se muestra el aspecto típico de una curva F-d, en este caso, correspondiente a la primera pasada de ECAP. El que el valor de F no sea constante durante el recorrido de la probeta está directamente relacionado con las fuerzas de fricción entre la probeta y las paredes del canal. Se ha tomado el valor F_{\max} como el valor representativo de la fuerza necesaria para realizar una pasada.

El valor F_{\max} , promediado de todas las muestras para cada número de pasadas, se ha representado frente a N en la Figura 3.2. Se observa como en ambas aleaciones el valor de F_{\max} crece con el número de pasadas, siguiendo una evolución muy similar en ambos casos. Sin embargo, la aleación procesada por ECAP en el estado C requiere de la aplicación de una mayor fuerza de procesamiento que en el caso de S. Esta diferencia, relacionada con sus diferencias microestructurales, se explicará en el capítulo de discusión.

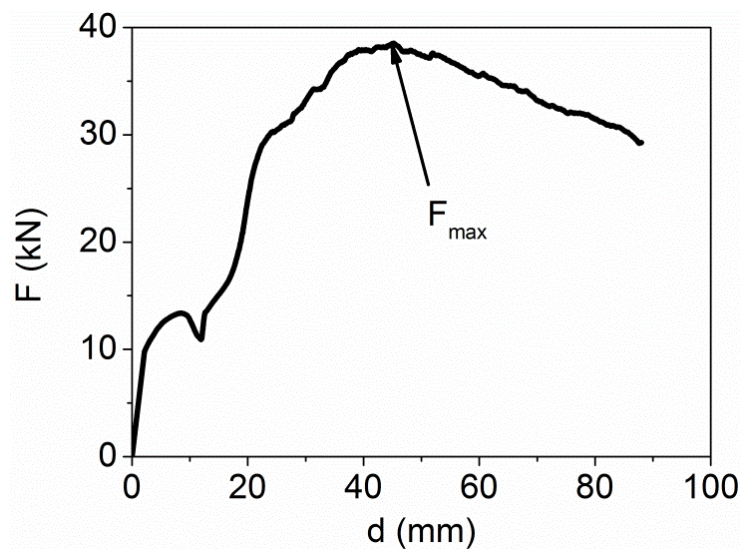


Figura 3.1. Curva F-d correspondiente a la primera pasada de ECAP.

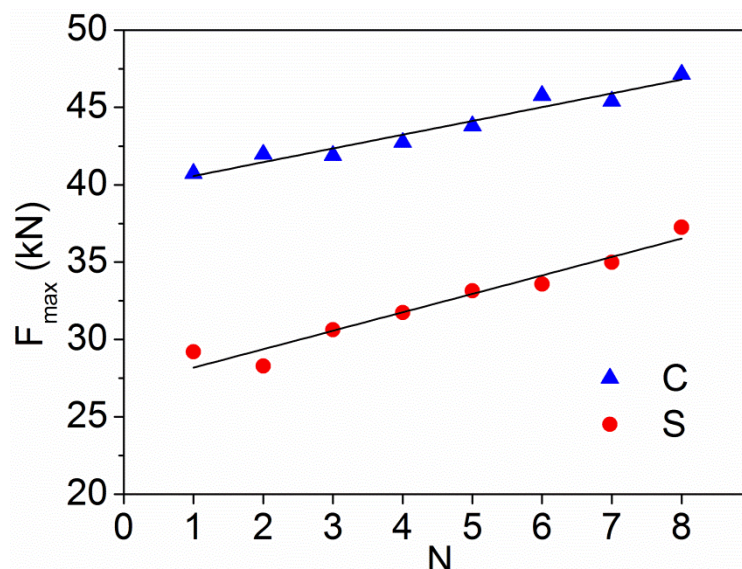


Figura 3.2. Variación de F_{\max} frente a N en la aleación Al-7%Si de colada (C) y la tratada térmicamente (S).

3.1.2. Procesado por FSP

La baja conformabilidad de la aleación Al-7%Si presentó un verdadero reto a la hora de encontrar unas condiciones óptimas de procesado. Se probaron distintas configuraciones de velocidad de avance, revoluciones e inclinación del cabezal con el fin de obtener cordones sin defectos. Tras todas las pruebas, las condiciones de procesado óptimas fueron 2000 rpm, una velocidad de avance de 50,8 mm/min y un ángulo de inclinación del cabezal de 2° con respecto a la dirección de avance del cordón. Las condiciones de movimiento de la herramienta, con unas revoluciones elevadas y un avance tan lento hacen que se produzca un gran aporte de calor al material, consiguiendo una buena plastificación del mismo. El valor del ángulo de inclinación del cabezal, relativamente alto, complementa las condiciones de movimiento de la herramienta al proporcionar un elevado valor de la componente de forja que ayuda a la obtención de cordones sin defectos.

3.2. RESULTADOS

3.2.1. Microscopía óptica

3.2.1.1. Material de partida

La microestructura de la aleación Al-7%Si de colada modificada con Na se muestra en la Figura 3.3. Puesto que nos encontramos ante una aleación de composición hipoeutéctica, se puede observar un microconstituyente primario en forma de dendritas de Al, rodeado del microconstituyente eutéctico solidificado en los espacios interdendríticos (Figura 3.3.a). La morfología del microconstituyente eutéctico se muestra con mayor detalle en la Figura 3.3.b. Además de la estructura fibrosa de partículas de Si alargadas, existe una pequeña fracción en volumen de partículas de Al_5FeSi en forma de agujas, consecuencia de las impurezas de hierro presentes en la aleación. Las dendritas se muestran equiaxiales en los tres planos de observación X, Y y Z, con un tamaño aproximado de 80 μm .

Una serie de radiografías revelaron la presencia de pequeños poros distribuidos sobre todo en la parte central y superior del lingote. Las probetas fueron tomadas de aquellas zonas con menor porosidad.

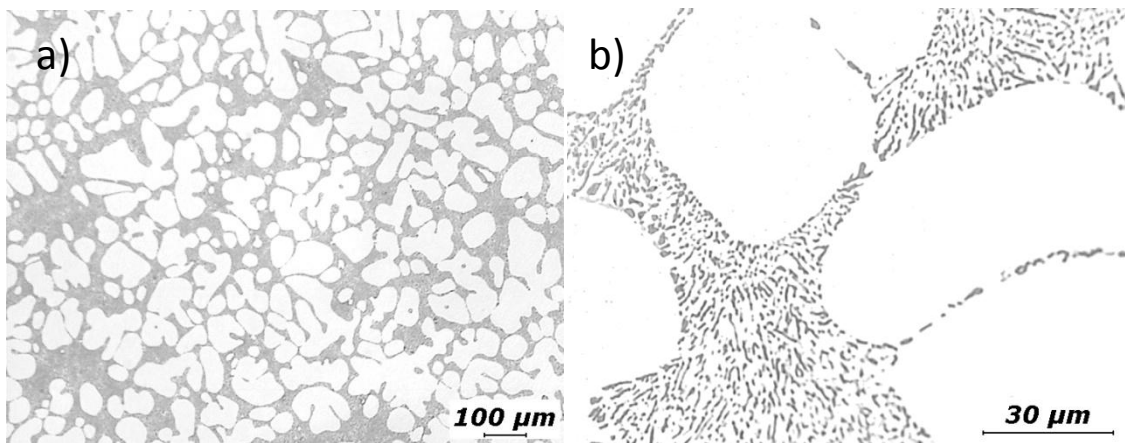


Figura 3.3. Imágenes de MO mostrando (a) la microestructura de la aleación Al-7%Si de partida y (b) un detalle de la morfología del microconstituyente eutéctico.

3.2.1.2. Material procesado por ECAP

Durante el procesamiento por ECAP la distribución de los microconstituyentes de la aleación varía con el número de pasadas. La microestructura de la probeta en el plano de deformación, flow plane (FP), se muestra en la Figura 3.4. Se puede observar como para una pasada de ECAP en la Figura 3.4.a las dendritas se muestran distorsionadas y su eje longitudinal está inclinado un ángulo $\sim 22^\circ$ con respecto al eje X. Cuando el número de pasadas aumenta el valor del ángulo disminuye. Así, puede observarse en la Figura 3.4.b cómo para 8 pasadas el ángulo entre el eje longitudinal de las dendritas y el eje X es $\sim 4^\circ$. Además ambos microconstituyentes se muestran más alargados, disminuyendo la distancia entre microconstituyentes del mismo tipo al aumentar el número de pasadas.

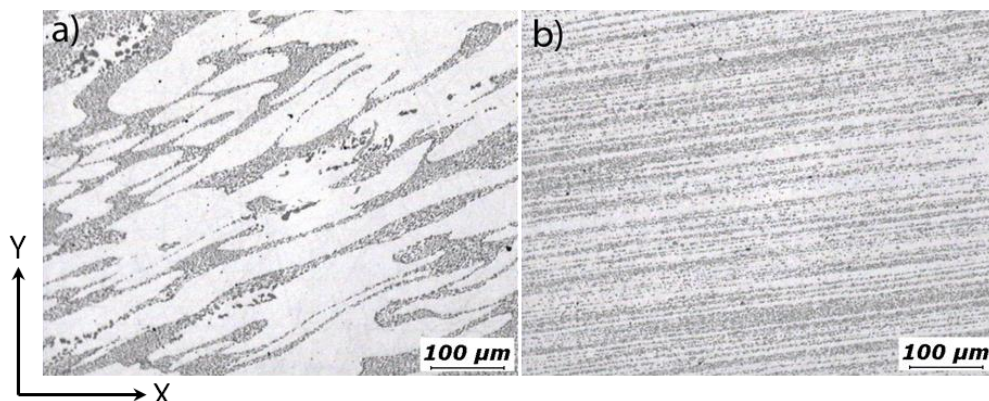


Figura 3.4. Imágenes de MO mostrando la distribución en el FP de los microconstituyentes de la aleación Al-7%Si procesada (a) 1p y (b) 8p por ECAP.

3.2.1.3. Material procesado por FSP

En la Figura 3.5 se puede observar un corte transversal de una muestra procesada a 1500rpm y 76,2 mm/min donde aparecen diversos defectos tipo túnel. La presencia de este tipo de defectos limita las propiedades mecánicas posteriores al reducir la sección útil de trabajo y actuar como concentradores de tensiones.

En la Figura 3.6 se muestra un corte transversal de una muestra procesada por FSP en las condiciones finalmente elegidas, 2000 rpm y 50,8 mm/min, donde se pueden distinguir tres zonas. En la zona batida (SZ), la herramienta entra en contacto directo con el material y lo bate, generando una elevada deformación que produce la rotura y redistribución del microconstituyente eutéctico. En la zona termomecánicamente afectada (TMAZ) el material no entra en contacto directo con la herramienta pero se ve afectado por la temperatura y la deformación adyacente, tal como muestra el patrón gradual de flujo. Por último, en la zona térmicamente afectada (HAZ) no se observa deformación plástica aparente aunque pueden darse modificaciones en el material por efecto de la disipación térmica durante el procesado.

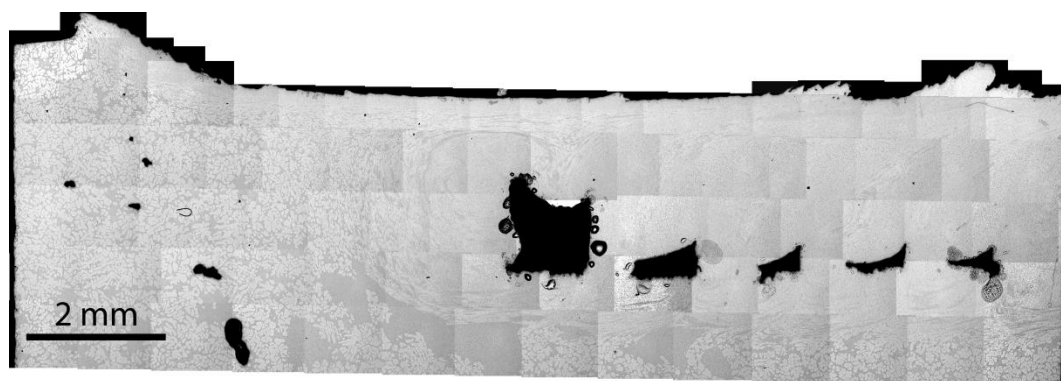


Figura 3.5. Corte transversal de una muestra procesada a 1500 rpm y 76,2 mm/min mostrando un defecto tipo túnel por cada cordón solapado.



Figura 3.6. Corte transversal de una muestra procesada a 2000 rpm y 50,8 mm/min mostrando tres zonas diferenciadas por la deformación plástica sufrida.

En la Figura 3.7 se muestra un detalle de la zona batida donde se puede observar la mejor redistribución y homogeneización de la microestructura que produce el procesado por FSP en comparación con el procesado por ECAP incluso a 8 pasadas (Figura 3.4.b).

3.2.2. Microscopía electrónica de barrido

3.2.2.1. Material de partida

En la Figura 3.8 se muestran dos micrografías MEB donde se puede observar la morfología de las partículas de silicio pertenecientes al microconstituyente eutéctico. Debido a la adición de sodio en la colada la morfología de estas partículas es fibrosa, tal como se puede observar en la Figura 3.8.a [142]. En la Figura 3.8.b se puede observar la presencia de microporosidad, señalado con flechas, en el espacio entre partículas de Si en el microconstituyente eutéctico. La formación de estas cavidades tiene lugar durante el enfriamiento de la aleación, cuando se ve dificultado el flujo de líquido que intenta llenar todas las cavidades [143].

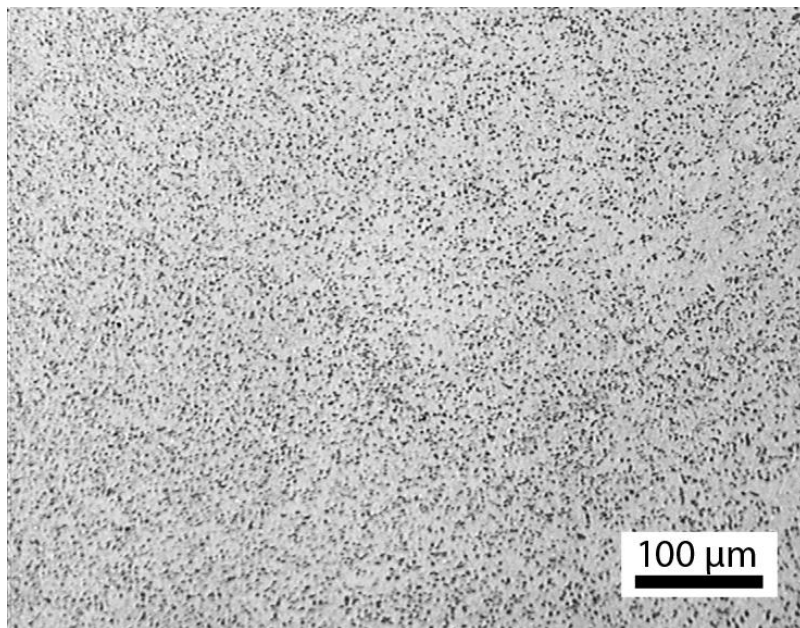


Figura 3.7. Detalle de la zona batida en el material procesado por FSP.

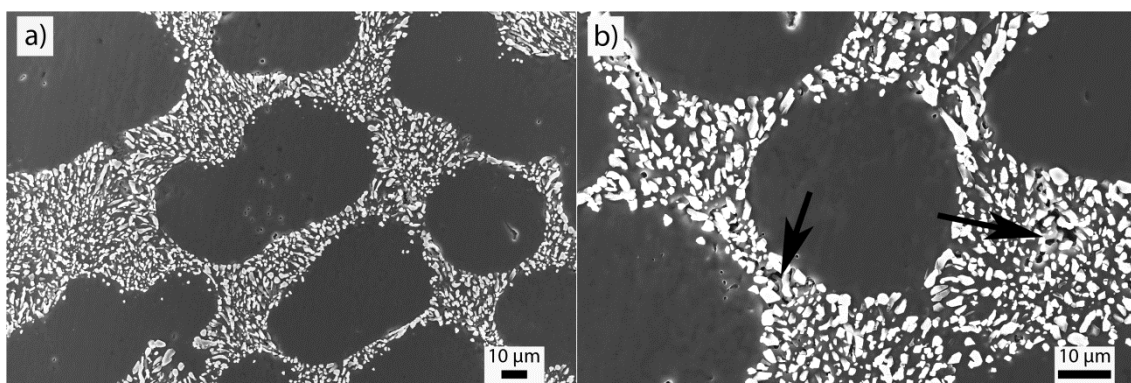


Figura 3.8. Micrografía MEB mostrando (a) la morfología fibrosa del silicio eutéctico y (b) microporosidad en el microconstituyente eutéctico.

3.2.2.2. Material procesado por ECAP

En la Figura 3.9 se muestran micrografías MEB tomadas en la aleación procesada por ECAP una (a, c) y 8 (b, d) pasadas. Se puede observar como desde la primera pasada de ECAP se rompe la estructura tridimensional del microconstituyente eutéctico, así como las partículas de silicio del mismo (Figura 3.9.a). Cuando se procesa hasta 8 pasadas, las partículas de silicio han disminuido su tamaño por efecto de las sucesivas pasadas a través del canal (Figura 3.9.b). Por otro lado, tras una pasada de ECAP se forman (sub)granos en el microconstituyente primario (Figura 3.9.c). El tamaño de (sub)grano disminuye en las sucesivas pasadas (Figura 3.9.d), siguiendo una evolución similar a la observada en las partículas de silicio. Hay que destacar además la presencia de finos precipitados en el microconstituyente primario que no estaban presentes en la aleación de partida (Figura 3.9.c y d). Como se discutirá más adelante, la aleación de colada posee una pequeña cantidad de silicio en solución sólida en la matriz de aluminio, que tiende a precipitar durante el procesado, ayudando a disminuir y a fijar el tamaño de grano.

Los histogramas de las medidas de tamaños de partículas de silicio, pertenecientes al microconstituyente eutéctico, realizadas por análisis de imagen de micrografías MEB con al menos 1200 partículas, se muestran en la Figura 3.10. Tanto en el eje mayor (Figura 3.10.a) como en el eje menor (Figura 3.10.b) los histogramas muestran distribuciones lognormales, características de procesos de subdivisión [144]. Las distribuciones mostradas se desplazan hacia menores valores y con dispersiones más

estrechas al aumentar el número de pasadas de ECAP. Puesto que las distribuciones son lognormales, el valor representativo tomado es la media geométrica (μ_g), cuyos valores se muestran en la Tabla 3.1 junto al intervalo de confianza correspondiente.

Así mismo, se realizaron medidas de tamaños de (sub)grano en el microconstituyente primario tras el procesado por ECAP, mediante análisis de imagen tomando al menos 400 granos, cuyos histogramas se muestran en la Figura 3.11. De nuevo, al igual que en el caso de las partículas de silicio, tanto en el eje mayor (Figura 3.11.a) como en el eje menor (Figura 3.11.b), las distribuciones obtenidas son lognormales. En este caso, el desplazamiento hacia valores más bajos y menores dispersiones no es tan acusado como el observado en el caso de las partículas de silicio, tal como reflejan los valores mostrados en la Tabla 3.2.

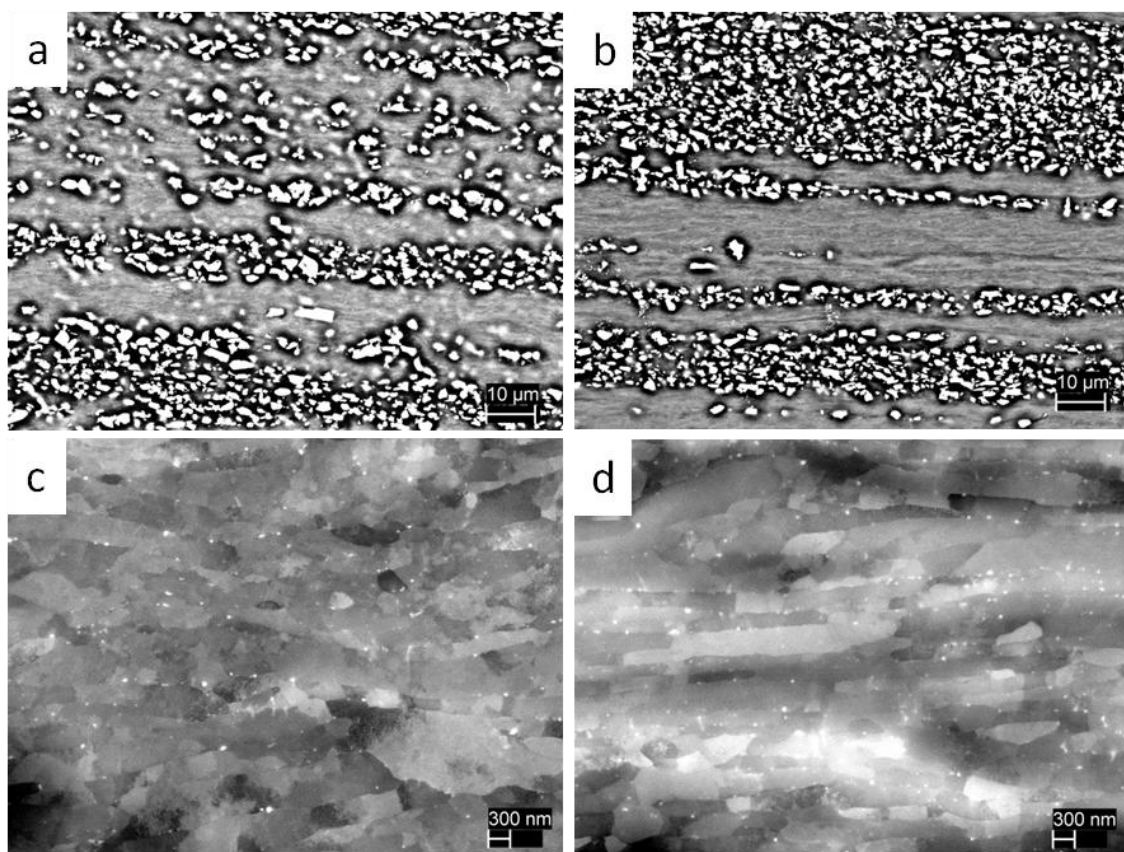


Figura 3.9. Micrografías MEB en FP mostrando la ruptura de la estructura del eutéctico y sus partículas de silicio para (a) una y (b) 8 pasadas. En (c) para una pasada y (d) para 8 se muestra el tamaño de (sub)grano, así como la presencia de pequeños precipitados de silicio en el microconstituyente primario.

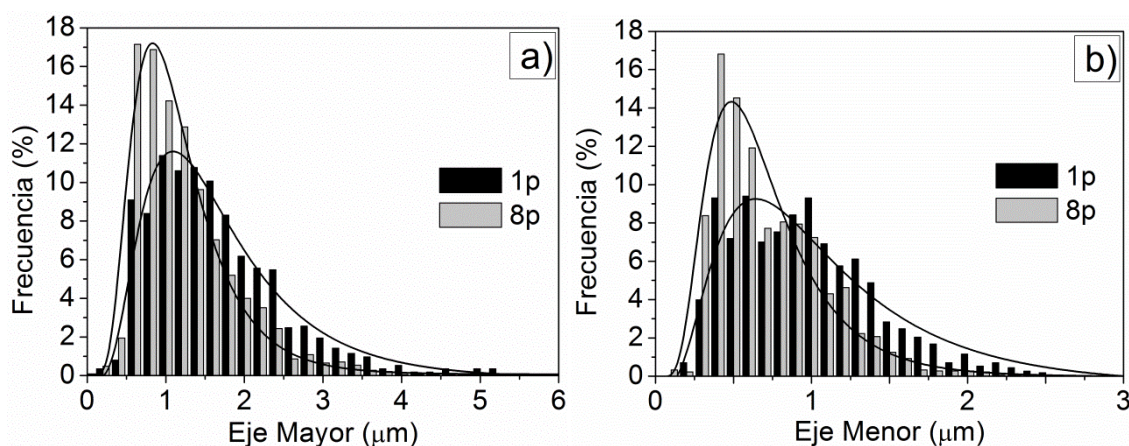


Figura 3.10. Evolución de la distribución de longitudes del (a) eje mayor y (b) eje menor de las partículas de silicio pertenecientes al microconstituyente eutéctico durante el procesado por ECAP.

Tabla 3.1. Valores de los ejes mayor y menor de las partículas de silicio pertenecientes al microconstituyente eutéctico a partir del análisis de imagen de micrografías MEB. Se proporciona la media geométrica de las medidas, μ_g , y el intervalo de confianza correspondiente a una distribución lognormal $[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$.

	1p		8p	
	μ_g	$[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$	μ_g	$[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$
Eje mayor (μm)	1,32	0,75—2,32	0,99	0,57—1,71
Eje menor (μm)	0,79	0,46—1,38	0,60	0,36—1,00

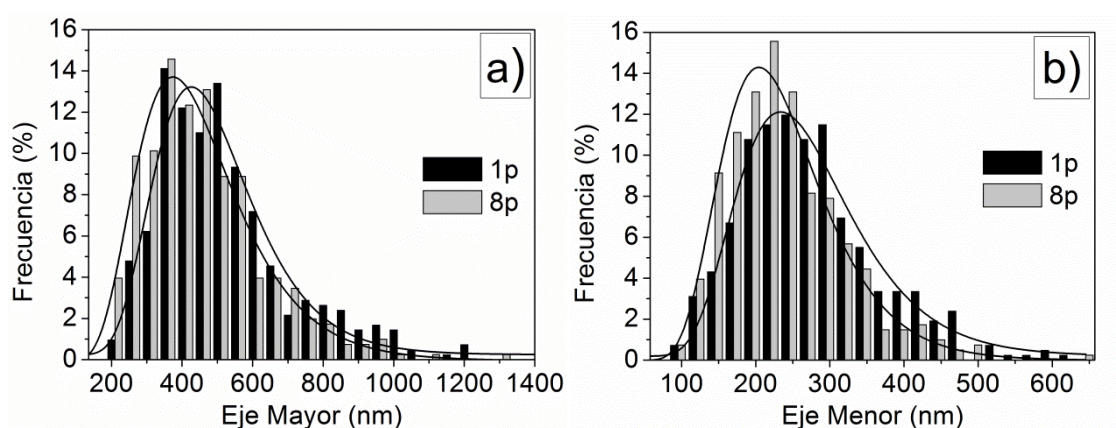


Figura 3.11. Evolución de la distribución de longitudes del (a) eje mayor y (b) eje menor de los (sub)granos dentro del microconstituyente primario durante el procesado por ECAP.

Tabla 3.2. Valores de los ejes mayor y menor de los (sub)granos dentro del microconstituyente primario a partir del análisis de imagen de micrografías MEB. Se proporciona la media geométrica de las medidas, μ_g , y el intervalo de confianza correspondiente a una distribución lognormal $[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$.

	1p		8p	
	μ_g	$[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$	μ_g	$[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$
Eje mayor (nm)	464	320—673	403	277—587
Eje menor (nm)	244	170—349	213	152—300

3.2.2.3. Material procesado por FSP

En la Figura 3.12 se muestran micrografías MEB tomadas en la zona batida de la aleación Al-7%Si procesada por FSP. Se puede observar cómo el procesado rompe y redistribuye homogéneamente la estructura tridimensional del microconstituyente eutéctico (Figura 3.12.a). En la Figura 3.12.b se muestran partículas de silicio que aparecen algo más redondeadas que en el caso del material procesado por ECAP. En la misma micrografía se observa además cómo el procesado por FSP produce (sub)granos de mayor tamaño que los obtenidos en el procesado por ECAP. Así mismo, la gran cantidad y tamaño de los finos precipitados de silicio dentro de las zonas de matriz de microconstituyente primario indican que el silicio inicialmente en solución sólida precipita durante el procesado.

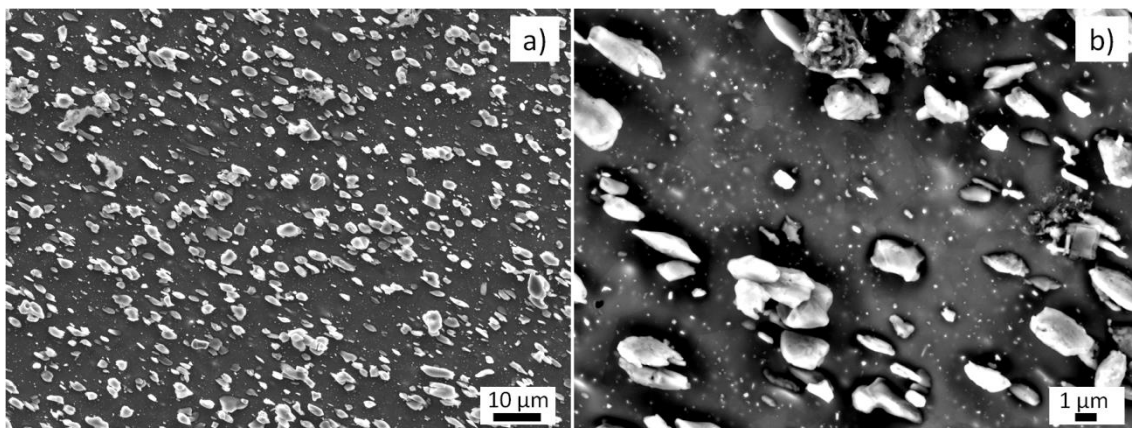


Figura 3.12. Micrografías MEB en la zona batida mostrando (a) la ruptura y redistribución del microconstituyente eutéctico y (b) el tamaño de (sub)grano y la precipitación inducida tras el procesado por FSP.

Los histogramas de las medidas de tamaños de partículas de silicio del microconstituyente eutéctico, realizadas por análisis de imagen de micrografías MEB, se muestran en la Figura 3.13. De nuevo, tanto en el eje mayor (Figura 3.13.a) como en el eje menor (Figura 3.13.b) los histogramas muestran distribuciones lognormales. Los valores de la media geométrica (μ_g) para cada eje se muestra en la Tabla 3.3 junto al intervalo de confianza correspondiente.

Así mismo, se realizaron medidas de tamaños de (sub)grano en el microconstituyente primario tras el procesado por FSP. Los histogramas correspondientes se muestran en la Figura 3.14 mostrando en este caso distribuciones normales. En la Tabla 3.4 se muestran los valores de media aritmética (μ_a) y del intervalo de confianza correspondiente a una distribución normal. Los tamaños obtenidos son mayores que lo observado en el caso de ECAP.

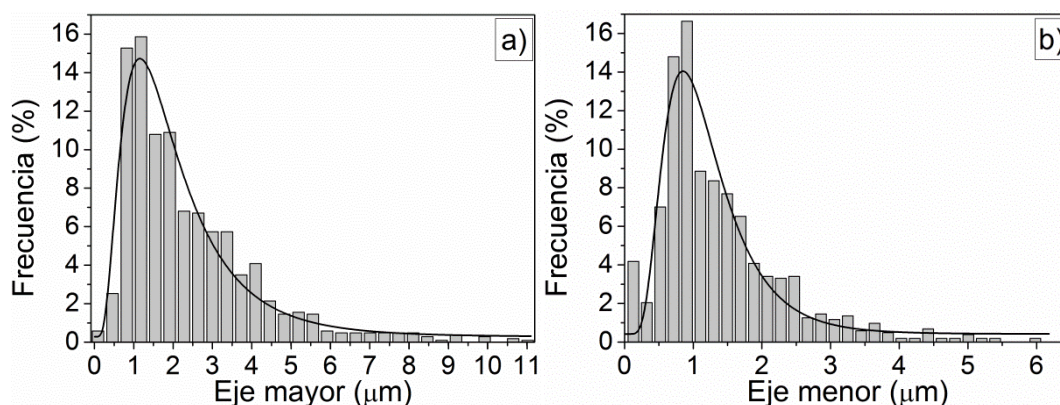


Figura 3.13. Histogramas de la distribución de longitudes del (a) eje mayor y (b) eje menor de las partículas de silicio provenientes del microconstituyente eutéctico tras el procesado por FSP de la aleación Al-7% Si.

Tabla 3.3. Valores de los ejes mayor y menor de las partículas de silicio, provenientes del microconstituyente eutéctico tras el procesado por FSP, a partir del análisis de imagen de micrografías MEB. Se proporciona la media geométrica de las medidas, μ_g , y el intervalo de confianza correspondiente a una distribución lognormal [μ_g/σ_g — $\mu_g\sigma_g$].

	μ_g	$[\mu_g/\sigma_g—\mu_g\sigma_g]$
Eje mayor (μm)	1,70	0,78—3,67
Eje menor (μm)	1,10	0,58—2,07

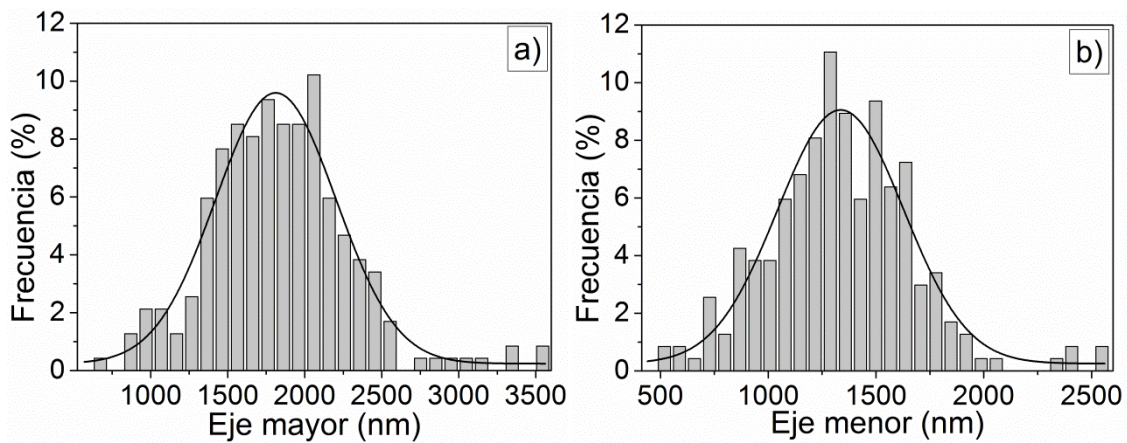


Figura 3.14. Histogramas de la distribución de longitudes del (a) eje mayor y (b) eje menor de los (sub)granos formados tras el procesado por FSP de la aleación Al-7%Si.

Tabla 3.4. Valores de los ejes mayor y menor de los (sub)granos formados en el microconstituyente primario tras el procesado por FSP a partir del análisis de imagen de micrografías MEB. Se proporciona la media aritmética de las medidas, μ_a , y el intervalo de confianza correspondiente a una distribución normal [$\mu_a - \sigma_a$ — $\mu_a + \sigma_a$].

	μ_a	$[\mu_a - \sigma_a — \mu_a + \sigma_a]$
Eje mayor (nm)	1790	1324—2254
Eje menor (nm)	1255	959—1645

3.2.3. Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

La difracción de electrones retrodispersados (de aquí en adelante EBSD) se utilizó en la presente investigación para la caracterización de la microtextura, tamaño de grano y desorientación que presenta el material tras los distintos procesados y los posteriores ensayos mecánicos a elevada temperatura. Se obtuvieron mapas de orientaciones cristalográficas que permitieron, con el apropiado tratamiento de los datos, la elaboración de las correspondientes figuras de polos y los histogramas de desorientación. En los mapas se han representado las fronteras de (sub)grano con desorientación $>2^\circ$. Las fronteras de bajo ángulo ($<15^\circ$), LABs, se han representado en color blanco y las de alto ángulo ($>15^\circ$), HABs, en negro. Las zonas en negro son puntos sin indexar, que principalmente corresponden con zonas con partículas de silicio.

3.2.3.1. Material procesado por ECAP

En la Figura 3.15 se muestran los mapas de orientaciones cristalográficas y las figuras de polos obtenidas en FP en el análisis por EBSD de la aleación procesada tras una (Figura 3.15.a) y 8 (Figura 3.15.b) pasadas de ECAP. Los mapas se encuentran codificados según la orientación de los ejes cristalográficos de la celda CCC del aluminio con respecto al eje Z de referencia en el procesado por ECAP (Figura 1.14). Los mapas de la Figura 3.15 muestran que entre la pasada 1 y 8 hubo un afino de la microestructura. Ambos mapas muestran en este plano de observación una morfología alargada e inclinada con respecto al eje X de procesado. Este ángulo es de $\sim 22^\circ$ en el caso de una pasada y $\sim 4^\circ$ para 8 pasadas, en concordancia con lo observado en la Figura 3.4.a y b. Para una pasada se observa que el mapa presenta una tonalidad azul en su práctica totalidad. La predominancia de un único color indica que la microestructura en el interior de las dendritas está formada principalmente por celdas de dislocaciones y subgranos, presentando una baja desorientación y una baja fracción de HABs. Por el contrario, en el caso del material procesado 8 pasadas se observa una mayor variedad cromática. Esto indica una mayor desorientación, debido a la formación de un mayor número de HABs al someter a una mayor deformación al material tras 8 pasadas ($\epsilon = 9,2$ en 8p frente a $\epsilon = 1,15$ en 1p).

Las figuras de polos para 1p muestran orientaciones discretas e intensas. Se observan sólo algunas de las componentes de cizalla, concretamente la B_1 ($1\bar{1}2$)(110) y su simétrica B_2 ($\bar{1}1\bar{2}$)(110). En el caso de 8p la intensidad disminuye como consecuencia de una distribución de las orientaciones presentes en torno a un mayor número de componentes, concretamente en torno a la fibra B (ver Figura 1.25).

En la Figura 3.16 se muestran los histogramas de desorientaciones obtenidos a partir de los mapas de la Figura 3.15. Con una línea continua se ha representado la distribución de Mackenzie, correspondiente a una la distribución al azar en un sistema cúbico cristalino [145]. En el caso del material procesado 1p (Figura 3.16.a) se observa un histograma muy desplazado hacia valores de desorientación muy bajos, siendo el valor de desorientación media ($\bar{\delta}$) $\sim 5^\circ$ y presentando una fracción de HABs $\sim 30\%$. Por el contrario, el material procesado 8p (Figura 3.16.b) presenta un histograma desplazado hacia valores de desorientación más elevados y más próximo a la distribución de

Mackenzie. La fracción de HABs ha aumentado hasta ~74% y la desorientación media es de 34° . Los histogramas de la Figura 3.16 indican que las sucesivas pasadas de ECAP provocan una evolución del material hacia mayores valores de desorientación media.

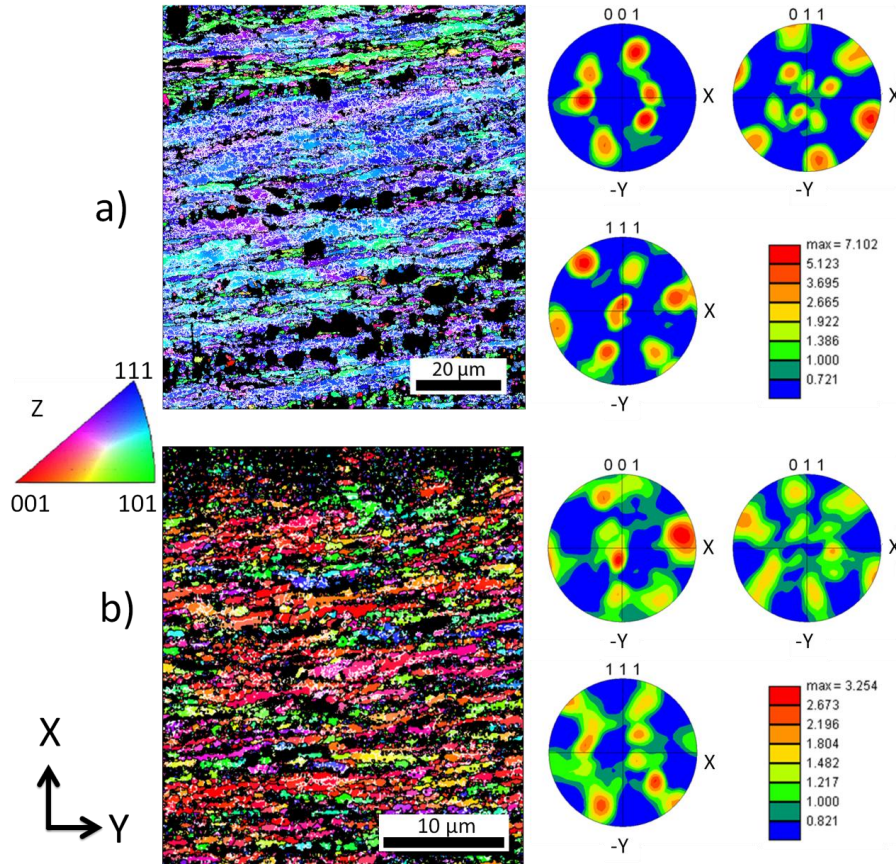


Figura 3.15. Mapas de orientaciones cristalográficas y figuras de polos obtenidos en la aleación procesada por ECAP a) 1p y b) 8p.

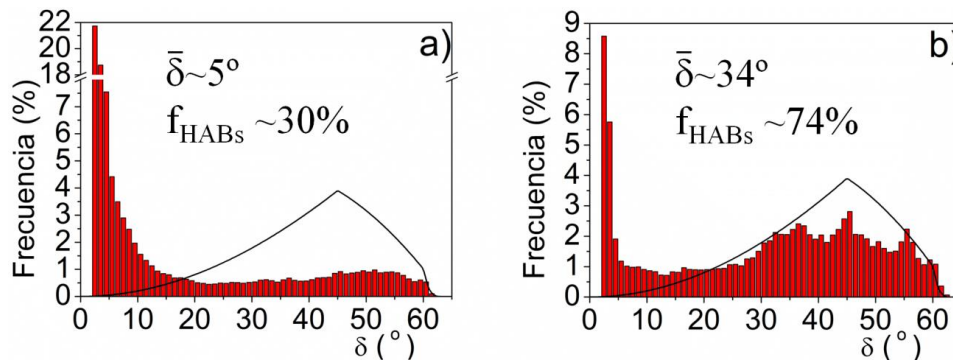


Figura 3.16. Histogramas de desorientación obtenidos a partir de los mapas de EBSD para el material procesado por ECAP a) 1p y b) 8p. La línea negra representa la distribución Mackenzie, correspondiente a una distribución al azar en un sistema cúbico cristalino [145].

3.2.3.2. Material procesado por FSP

En la Figura 3.17 se muestra un mapa de orientaciones cristalográficas de la aleación Al-7%Si procesada por FSP. El mapa se encuentra codificado según la orientación de los ejes cristalográficos de la celda CCC del aluminio con respecto al eje X de referencia en el procesado por FSP (Figura 2.12). La zona donde se realizó el mapa fue en la zona de avance a un milímetro de la superficie de la chapa, que corresponde a la mitad de altura de penetración de la herramienta. Se observa una microestructura homogénea mostrando una amplia gama cromática, que junto con la gran proporción de HABs presentes (delineadas en negro), indica que la microestructura está formada por granos altamente desorientados.

Las figuras de polos en el procesado por FSP tienen baja intensidad y prácticamente ninguna componente aparece bien definida, lo cual muestra una gran aleatoriedad de las orientaciones de los granos.

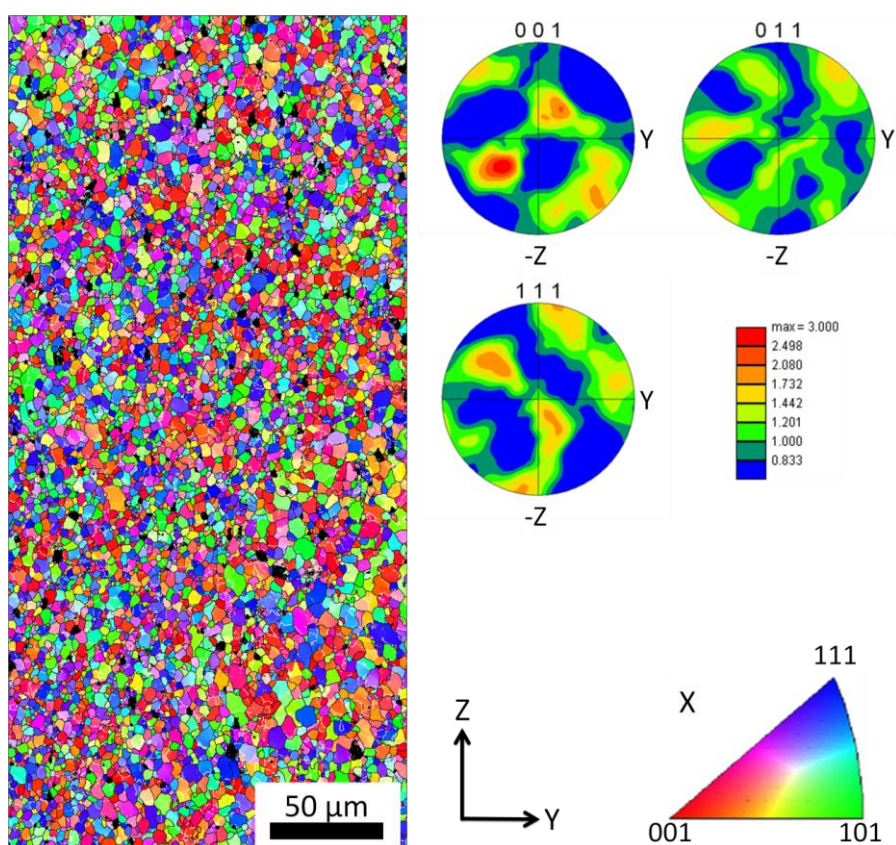


Figura 3.17. Mapa de orientación cristalográfica y figuras de polos obtenidos en la aleación procesada por FSP.

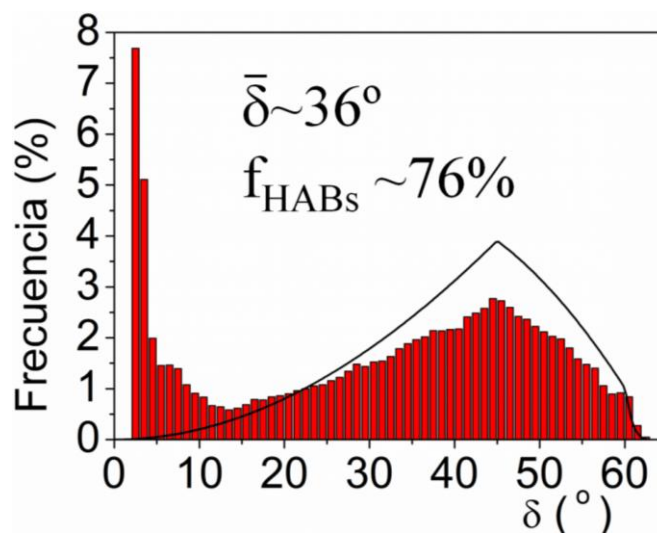


Figura 3.18. Histograma de desorientación obtenido a partir de los mapas de EBSD para el material procesado por FSP. La línea negra representa la distribución de Mackenzie, correspondiente a una distribución al azar en un sistema cúbico cristalino [145].

En la Figura 3.18 se muestra el histograma de desorientación obtenido a partir del mapa de la Figura 3.17. El material procesado por FSP presenta un histograma desplazado hacia valores de desorientación elevados y próximos a la distribución de Mackenzie. La fracción de HABs se sitúa en $\sim 76\%$ y la desorientación media es de $\sim 36^\circ$.

3.2.3.3. Material procesado por ECAP y ensayado a tracción a 400°C

El material procesado por ECAP fue sometido a ensayos de tracción a elevada temperatura y a una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} , como se mostrará en el apartado 3.2.4.1.2. Con el objetivo de evaluar la evolución microestructural durante los ensayos de tracción se obtuvieron mapas de EBSD en la mordaza y la zona deformada, según el esquema de la Figura 2.15. Los mapas se encuentran codificados según el eje Z de procesado. En las imágenes se muestra además la dirección de tracción marcada con una flecha.

En la Figura 3.19 se muestran los mapas de orientaciones cristalográficas del material procesado 1p por ECAP y ensayado a tracción a 400°C y una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} , en la (a) zona deformada y (b) en la mordaza. Se observa que ambas zonas presentan ahora una mayor gama cromática, lo cual indica la

formación de granos con mayor desorientación que en la colada de partida. Así mismo, la microestructura ha sufrido un engrosamiento con respecto a lo observado en el material procesado (Figura 3.15.a), llegando a alcanzar tamaños de grano en torno a $17\text{ }\mu\text{m}$ (medido como el diámetro equivalente). En la zona deformada los granos se encuentran alargados en la dirección de tracción (Figura 3.19.a). Dentro de los granos hay una subestructura de tamaño en torno a $8\text{ }\mu\text{m}$. Así mismo se observan granos muy finos en la zona del eutéctico.

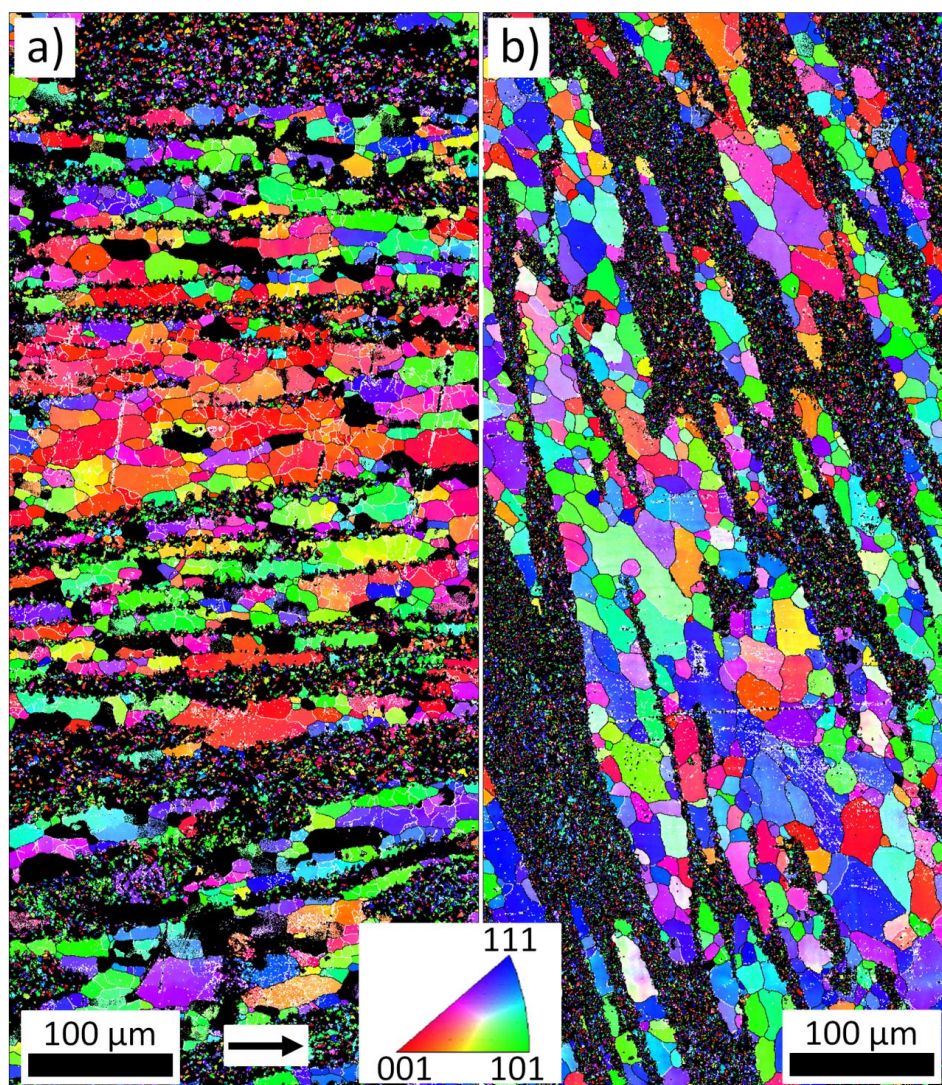


Figura 3.19. Mapas de orientaciones cristalográficas obtenidos en la aleación procesada por ECAP 1p tras los ensayos de tracción a 400°C y una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} en a) la zona deformada y b) la mordaza de la probeta de tracción.

Para el caso del material procesado 8p, en la Figura 3.20 se muestran los mapas de orientaciones cristalográficas de (a) la zona deformada y (b) la mordaza, tras los ensayos de tracción a 400 °C y una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} . Al igual que en el caso de 1p se observa un engrosamiento de la microestructura con respecto al del material recién procesado (Figura 3.15.b), alcanzando valores en torno a 10 μm . Así mismo, los granos se encuentran alargados en la dirección de tracción. Al contrario que en el caso del material 1p, para 8p no se observa la formación de una subestructura en la zona deformada.

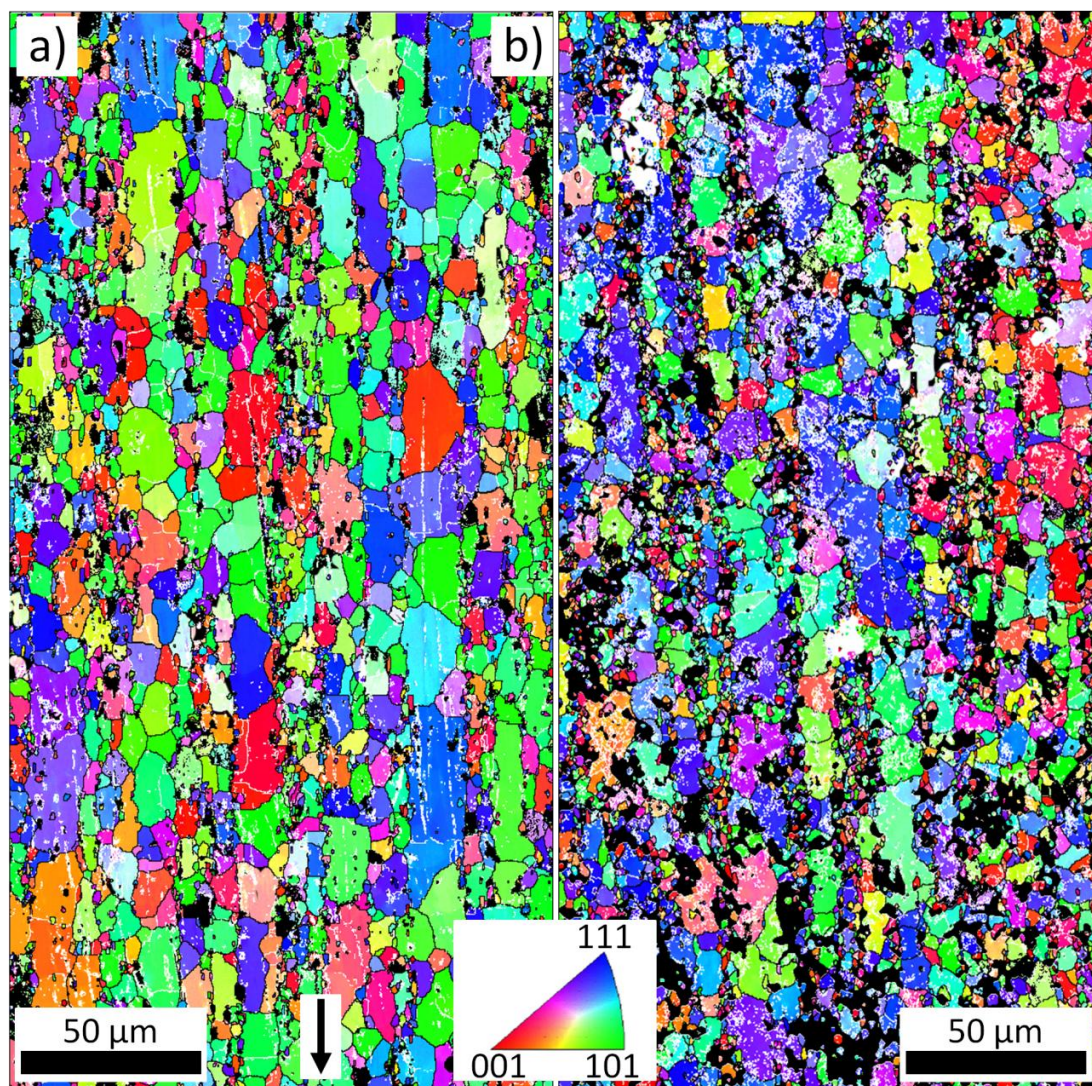


Figura 3.20. Mapas de orientaciones cristalográficas obtenidos en la aleación procesada 8p de ECAP tras los ensayos de tracción a 400°C y una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} en a) la zona deformada y b) la mordaza de la probeta de tracción.

3.2.3.4. Material procesado por FSP y ensayado a tracción a 400°C

Para el material procesado por FSP, en la Figura 3.21 se muestran los mapas de orientaciones cristalográficas de la (a) zona deformada y (b) mordaza tras los ensayos de tracción a 400 °C y una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} . Estos mapas se encuentran codificados según el eje Z de procesado (Figura 1.18). Al igual que en el caso del material procesado por ECAP se observa un engrosamiento de la microestructura con respecto al del material recién procesado (Figura 3.17), alcanzando valores en torno a 8 μm . Los granos se muestran alargados en la dirección de tracción, lo cual apunta a la operación de un mecanismo de deformación por movimiento de dislocaciones.

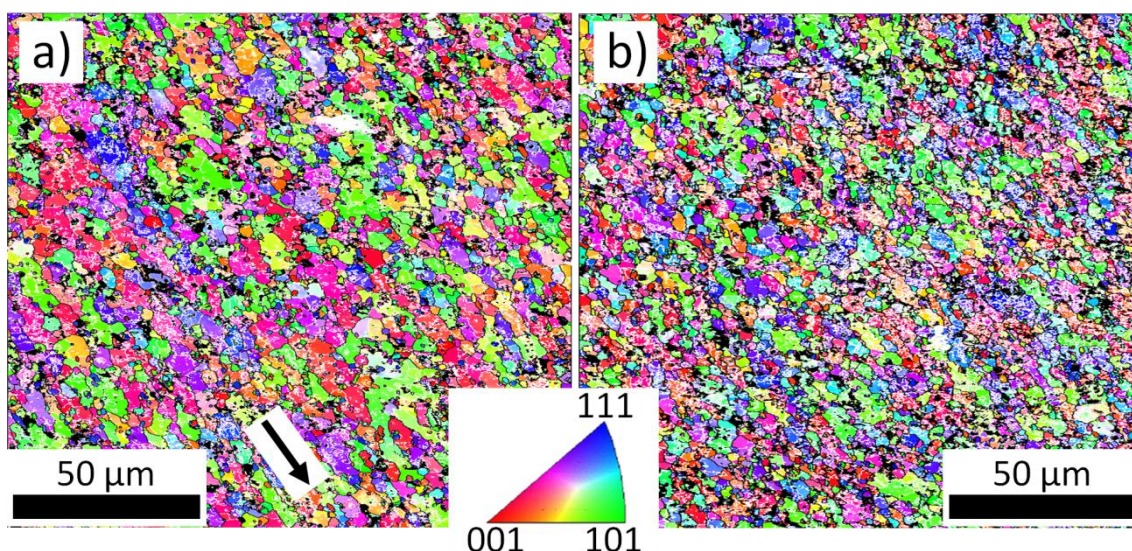


Figura 3.21. Mapas de orientaciones cristalográficas obtenidos en la aleación procesada por FSP tras los ensayos de tracción a 400°C y una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} en a) la zona deformada y b) la mordaza de la probeta de tracción.

3.2.4. Propiedades mecánicas. Ensayos de tracción a intermedias y altas temperaturas

3.2.4.1. Ensayos de tracción a velocidad de travesaño constante

3.2.4.1.1. Material de partida

En la presente investigación se realizaron ensayos de tracción a rotura a una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} , a 200, 250, 300, 350 y 400°C. Las curvas obtenidas para el material de partida a dicha velocidad de deformación se muestran en la Figura 3.22. Los parámetros mecánicos extraídos de dichas curvas son límite elástico ($\sigma_{0,2}$), resistencia máxima a tracción (σ_{\max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_F) y se recogen en la Tabla 3.5. Además se incluye el valor de tenacidad (U_T), correspondiente al área bajo la curva σ - ϵ .

Se observa que al aumentar la temperatura de ensayo (T) disminuye la resistencia del material de partida. Así mismo, en general el valor de e_f aumenta al aumentar T . La formación prematura estricciones en las probetas y el descenso irregular de la tensión en los últimos estadios de la deformación plástica en la mayoría de los casos es propio de la porosidad que presenta el material de partida. Por último, se puede observar que en todas las temperaturas ensayadas se alcanza un estado estacionario durante el ensayo, permaneciendo prácticamente constante la tensión durante la deformación plástica.

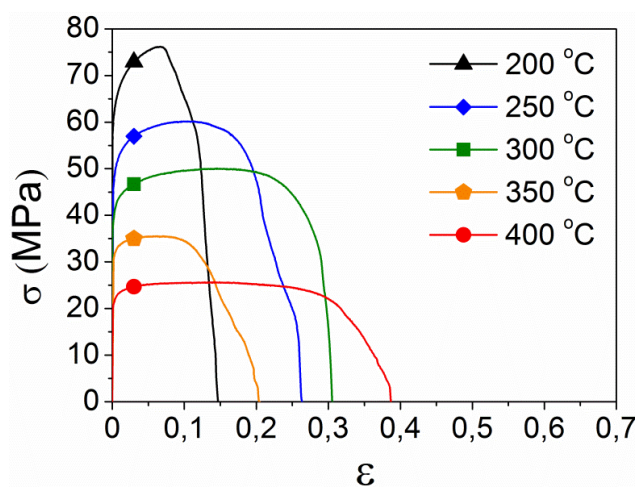


Figura 3.22. Curvas de tracción a 10^{-2} s^{-1} y diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al-7%Si de partida.

Tabla 3.5. Propiedades mecánicas extraídas de las curvas de tracción a 10^{-2} s^{-1} y distintas temperaturas de ensayo para la aleación Al-7%Si de partida.

T	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	e_u (%)	e_F (%)	U_T (MPa)
200	61	76	0,07	16	9
250	47	60	0,12	30	13
300	39	50	0,16	36	14
350	31	35	0,06	22	6
400	21	26	0,15	47	9

3.2.4.1.2. Material procesado por ECAP

La Figura 3.23 muestra las curvas de tracción a una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} realizadas a las temperaturas de ensayo 200, 250, 300, 350 y 400°C para los procesados a 1, 4 y 8 pasadas, respectivamente. Las propiedades mecánicas extraídas de dichas curvas se muestran en la Tabla 3.6. En cuanto a la resistencia, el material procesado es en todos los casos más resistente que el material de partida, efecto patente sobre todo a las menores temperaturas de ensayo. Se observa que, en general, los valores de ductilidad son mayores que en el caso del material de partida, sobre todo a elevadas temperaturas. Esto es consistente con la eliminación de la porosidad, el afino del tamaño de grano y el aumento gradual de la desorientación media entre los granos al aumentar N, tal y como sucede generalmente en el procesado por ECAP [39, 55]. Además, el aumento tanto de ductilidad como de resistencia genera un aumento de la tenacidad en el material procesado con respecto al material de partida. Tanto es así que, por ejemplo, el material procesado 8 pasadas de ECAP tiene una tenacidad cinco veces superior al del material de partida, ambos a la menor temperatura de ensayo, 200 °C.

Comparando el material procesado a diferentes pasadas se observa que el procesado a 1 pasada produce un material más resistente que a 4 y 8 pasadas. Por el contrario, la ductilidad se incrementa, en general, al aumentar el número de pasadas, al igual que la tenacidad máxima.

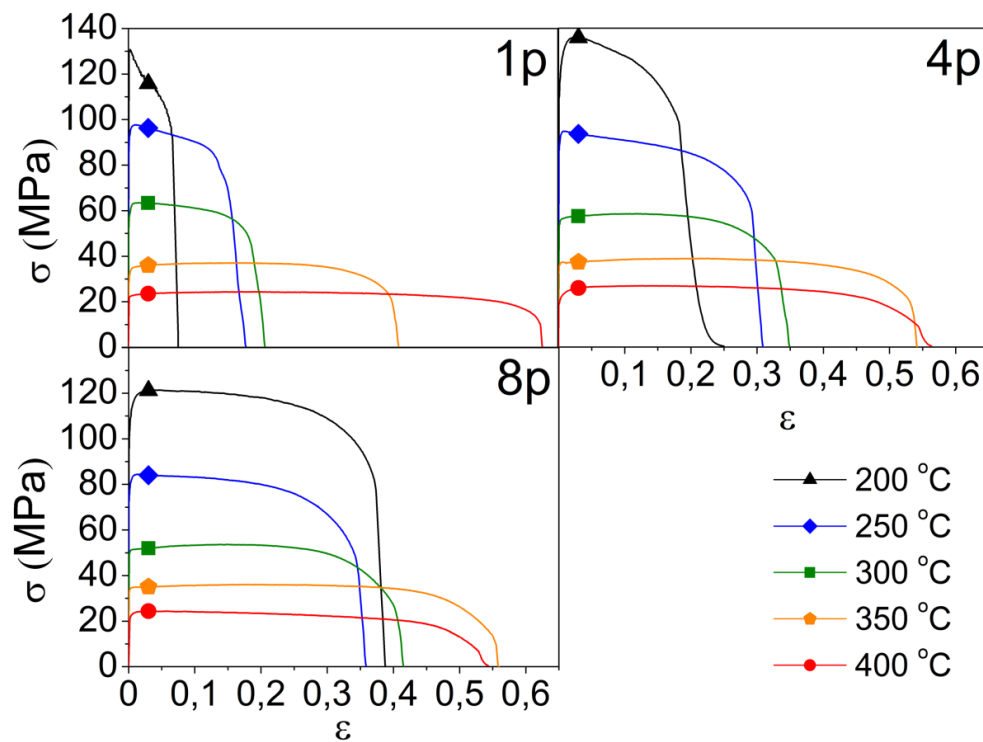


Figura 3.23. Curvas de tracción a 10^{-2} s^{-1} y diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al-7%Si procesada por ECAP 1, 4 y 8 pasadas.

Tabla 3.6. Propiedades mecánicas extraídas de las curvas de tracción a 10^{-2} s^{-1} y distintas temperaturas de ensayo para el material C procesado por ECAP 1, 4 y 8 pasadas.

Pasadas	T	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	e_u (%)	e_F (%)	U_T (MPa)
1	200	130	131	0,25	8	8
	250	93	98	1,15	19	15
	300	58	63	1,67	23	12
	350	32	37	18,90	50	14
	400	23	24	21,13	87	14
4	200	117	136	2,5	30	25
	250	91	95	0,99	36	26
	300	55	59	11,56	42	19
	350	36	39	23,84	63	19
	400	21	27	13,3	75	13
8	200	106	121	4,69	47	43
	250	79	84	1,56	43	27
	300	50	54	15,99	51	20
	350	34	36	19,55	75	18
	400	21	24	3,61	74	11

En la Figura 3.24. se muestra la evolución en el aspecto de las probetas ensayadas con respecto a la temperatura, para el material procesado 1 pasada por ECAP. Se puede observar cómo en la zona de fractura se presentan planos facetados orientados a unos 45° con respecto a la dirección de tracción. Esta morfología de fractura es indicativa de la operación durante la deformación de un mecanismo de movimiento de dislocaciones.

3.2.4.1.3. Material procesado por FSP

El material procesado por FSP fue sometido a ensayos de tracción a una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a las temperaturas 250, 300, 350, 400 y 450 °C. Las curvas pertenecientes a estos ensayos se muestran en la Figura 3.25, mientras que los datos obtenidos de ellas se muestran en la Tabla 3.7. Tal y como ocurre en el material procesado por ECAP, la resistencia disminuye y la ductilidad aumenta al aumentar la temperatura de ensayo. Los valores de resistencia son menores que en el caso del material procesado por ECAP pero la ductilidad es mayor. Los valores de tenacidad para cada temperatura son similares a los máximos alcanzados anteriormente procesando 8 pasadas de ECAP.

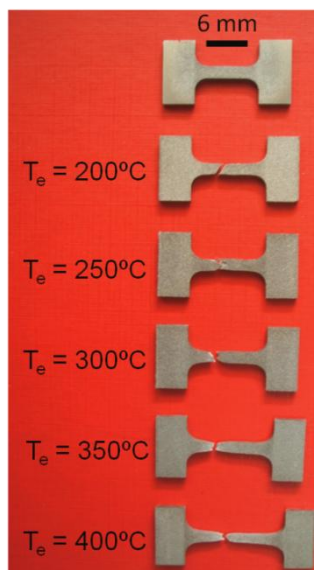


Figura 3.24. Aspecto de las probetas de tracción antes y después de ser ensayadas a una velocidad inicial de 10^{-2} s^{-1} a diferentes temperaturas de la aleación Al-7%Si procesada por ECAP 1p.

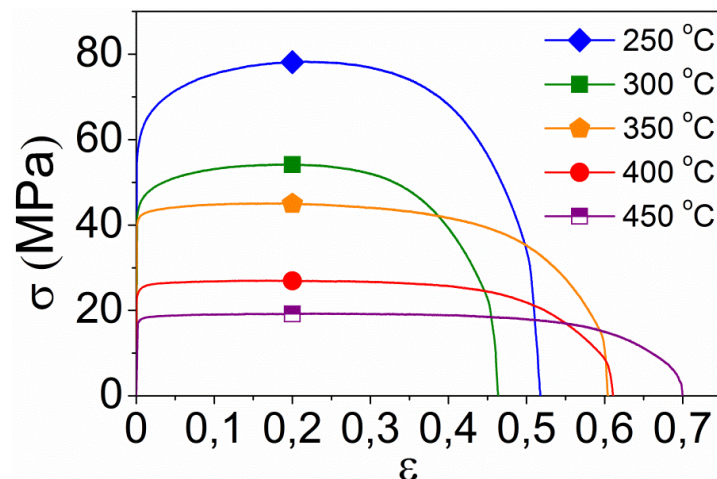


Figura 3.25. Curvas de tracción a una velocidad inicial de 10^{-2} s^{-1} y diferentes temperaturas de ensayo del material procesado por FSP.

Tabla 3.7. Parámetros mecánicos extraídos de las curvas de tracción a una velocidad inicial de 10^{-2} s^{-1} y distintas temperaturas de ensayo para el material procesado por FSP.

T	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	e_u (%)	e_F (%)	U_T (MPa)
250	57	78	24	68	36
300	43	54	23	59	22
350	41	45	21	83	24
400	24	27	19	84	15
450	17	19	26	101	12

3.2.4.2. Ensayos de tracción con cambios en la velocidad de deformación

En la presente investigación se realizaron ensayos de tracción a rotura con cambios en la velocidad de deformación en el rango de temperaturas 200-450 °C. La Figura 3.26 muestra un ejemplo de curva de tracción con cambios en la velocidad de deformación correspondiente al ensayo realizado a 450° C para la aleación Al-7%Si procesada mediante FSP. El ensayo comienza a una velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) inicial de 10^{-1} s^{-1} para, una vez alcanzado el estado estacionario, realizar una serie de cambios descendentes en $\dot{\epsilon}$ hasta alcanzar 10^{-5} s^{-1} . A continuación se realiza una última etapa con cambios crecientes en $\dot{\epsilon}$ hasta 10^{-2} s^{-1} , velocidad que se mantiene hasta el final del ensayo.

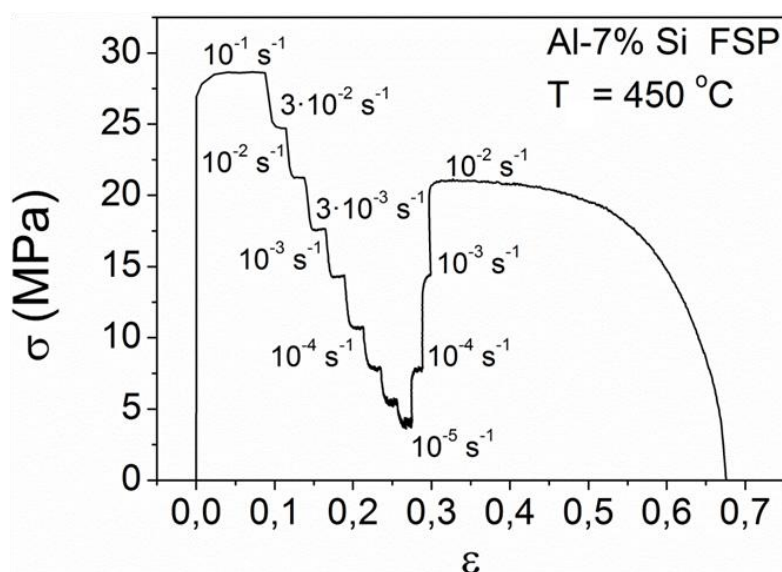


Figura 3.26. Curva de tracción con cambios en la velocidad de deformación a 450 °C de la aleación Al-7%Si procesada por FSP.

3.2.4.2.1. Material de partida

En el material de partida se presentó la imposibilidad de realizar ensayos de tracción con cambios en la velocidad de deformación fiables, debido a la poca deformación plástica admitida. Como ya se obtuvieron valores de tensión a 10^{-2} s^{-1} y a diferentes temperaturas, se realizaron ensayos adicionales a 10^{-4} s^{-1} con los que poder calcular los parámetros característicos del mecanismo de deformación, el exponente de la tensión aparente (n_{ap}) y la energía de activación aparente (Q_{ap}). Los pares $\dot{\epsilon}$ - σ del material de partida se han representado en la Figura 3.27. La figura muestra que, a igualdad de $\dot{\epsilon}$, la resistencia del material de partida disminuye cuando aumenta la temperatura de ensayo. Además se observa que las curvas $\dot{\epsilon}$ - σ adquieren pendientes cada vez menores según aumenta la temperatura. La Tabla 3.8 muestra los valores de n_{ap} y Q_{ap} del material de partida, calculados a partir de las expresiones 2.5 y 2.6 respectivamente. Los valores de n_{ap} se encuentran en torno a 8 a las más altas temperaturas, elevándose al disminuir las temperaturas de ensayo. Por otro lado, los valores de Q_{ap} están en torno al valor teórico $Q_R=142 \text{ kJ/mol}$ (correspondiente a la energía de activación asociada a la autodifusión de aluminio en la red) a 10^{-2} s^{-1} mientras que a 10^{-4} s^{-1} se obtienen valores más elevados. Este aumento de la energía de activación a bajas velocidades de deformación es indicativo de cambios microestructurales durante el ensayo.

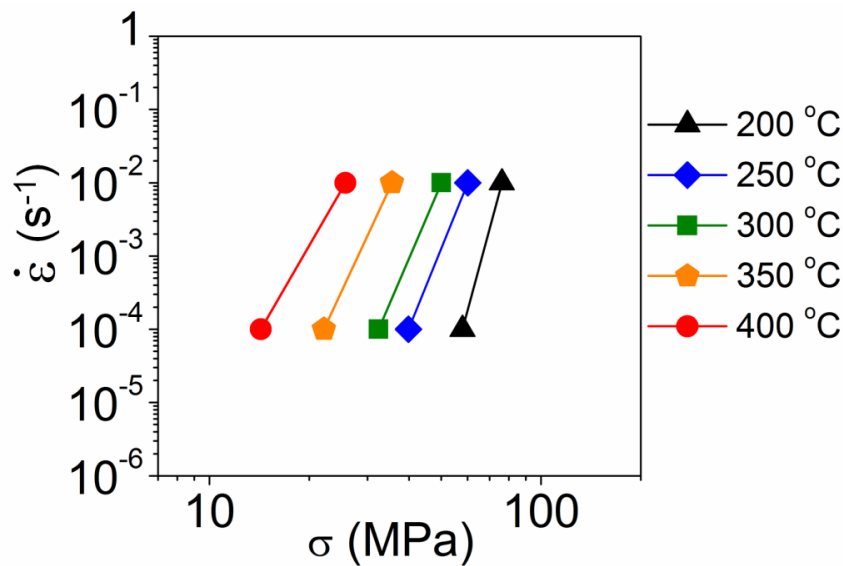


Figura 3.27. Representación en doble escala logarítmica de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ del material de partida a diferentes temperaturas de ensayo.

Tabla 3.8. Exponentes de la tensión aparentes (n_{ap}) y energías de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-2}}$) y 10^{-4} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-4}}$), así como sus medias ($\langle Q_{ap}^{10^{-2}} \rangle$ y $\langle Q_{ap}^{10^{-4}} \rangle$), para el material de partida a diferentes temperaturas de ensayo.

T (°C)	n_{ap}	$Q_{ap}^{10^{-2}}$ (kJ/mol)	$Q_{ap}^{10^{-4}}$ (kJ/mol)
200	16,9	143	230
250	11,2	87	130
300	10,5	125	143
350	9,8	185	227
400	7,8	151	231
		$\langle Q_{ap}^{10^{-2}} \rangle = 139$	$\langle Q_{ap}^{10^{-4}} \rangle = 192$

3.2.4.2.2. Material procesado por ECAP

En la Figura 3.28 se muestran los pares $\dot{\epsilon}$ - σ del material procesado por ECAP 1, 4 y 8 pasadas respectivamente. Estos pares se extrajeron de las curvas de tracción con cambios en la velocidad de deformación. En general, se observa que las pendientes de las curvas del material procesado son menores que las del de partida (Figura 3.27). Además, a valores de velocidad de deformación bajos, las pendientes tienden a disminuir ligeramente. Este hecho suele indicar fenómenos de engrosamiento de la microestructura durante el ensayo como se verá más adelante.

En la Tabla 3.9 se muestran los valores de los exponentes de la tensión aparentes para 10^{-2} s^{-1} ($n_{ap}^{10^{-2}}$) y 10^{-4} s^{-1} ($n_{ap}^{10^{-4}}$) junto con la energía de activación aparente a 10^{-2} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-2}}$) y 10^{-4} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-4}}$) y sus valores medios, $\langle Q_{ap}^{10^{-2}} \rangle$ y $\langle Q_{ap}^{10^{-4}} \rangle$ para el material procesado 1, 4 y 8 pasadas. Los valores de n_{ap} se sitúan en torno a 8 a 10^{-2} s^{-1} . Sin embargo, a 10^{-4} s^{-1} se observan menores valores de n_{ap} , sobre todo a temperaturas de ensayo elevadas, lo cual puede ser atribuido a un ablandamiento del material. Por su parte, los valores de Q_{ap} a 10^{-2} s^{-1} se encuentran en torno a 190 kJ/mol. No obstante, a 10^{-4} s^{-1} , los valores de Q_{ap} se acercan a Q_R .

En general, los valores de n_{ap} cercanos a 8 y de Q_{ap} en torno a Q_R son indicativos de la operación de un mecanismo de deformación por movimiento de dislocaciones como se verá más adelante.

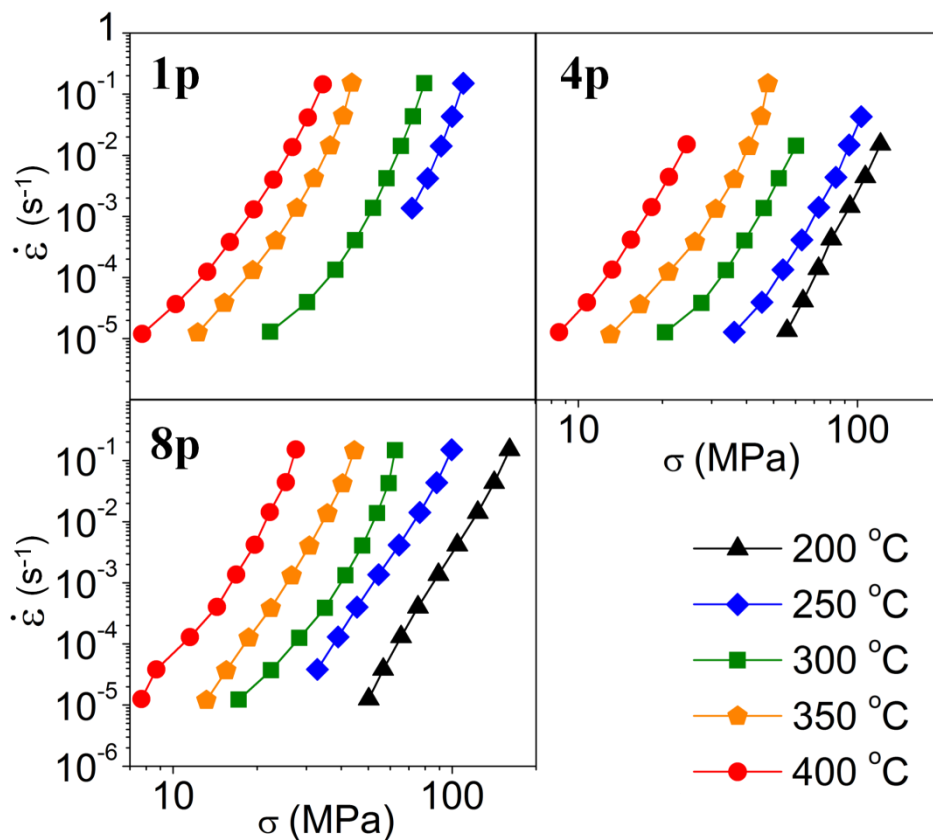


Figura 3.28. Representación en doble escala logarítmica de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ del material procesado 1, 4 y 8 pasadas de ECAP extraídos de los ensayos con cambios en la velocidad de deformación a diferentes temperaturas.

Tabla 3.9. Exponentes de la tensión aparentes a 10^{-2} s^{-1} ($n_{ap}^{10^{-2}}$) y 10^{-4} s^{-1} ($n_{ap}^{10^{-4}}$) y energías de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-2}}$) y 10^{-4} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-4}}$) junto con sus valores medios, $\langle Q_{ap}^{10^{-2}} \rangle$ y $\langle Q_{ap}^{10^{-4}} \rangle$, del material procesado 1, 4 y 8 pasadas de ECAP y ensayado a diferentes temperaturas.

Material	T (°C)	$n_{ap}^{10^{-2}}$	$n_{ap}^{10^{-4}}$	$Q_{ap}^{10^{-2}}$ (KJ/mol)	$\langle Q_{ap}^{10^{-2}} \rangle$ (KJ/mol)	$Q_{ap}^{10^{-4}}$ (KJ/mol)	$\langle Q_{ap}^{10^{-4}} \rangle$ (KJ/mol)
1p	250	11,5	-	169		-	
	300	10,7	5,9	241	204	223	171
	350	9,7	5,5	253		172	
	400	8,2	5,2	151		118	
4p	200	10	10	91		107	
	250	9,3	7,1	130		110	
	300	8,6	6,6	176	190	154	141
	350	10,6	5,2	277		142	
	400	8,4	6,5	275		192	
8p	200	7,7	8,2	141		164	
	250	7,5	7,1	129		125	
	300	10,8	5,3	199	186	94	139
	350	8,5	6,4	189		167	
	400	9,2	4,7	270		144	

3.2.4.2.3. Material procesado por FSP

La aleación procesada por FSP fue sometida a ensayos con cambios en la velocidad de deformación en el rango de temperaturas 250-450 °C. En [145] se ha reportado que el procesado por FSP en la aleación A356 (Al-7%Si-0,3%Mg) provoca una respuesta superplástica a muy elevadas temperaturas (~470 °C). Debido a ciertas similitudes entre la aleación A356 y la aleación objeto del estudio, Al-7%Si, el rango de temperaturas para el estudio de las propiedades mecánicas a altas temperaturas se amplió a 450 °C en busca de indicios de superplasticidad.

En la Figura 3.29 se muestran los pares $\dot{\epsilon}$ - σ del material procesado por FSP, mientras que en la Tabla 3.10 se muestran los valores de n_{ap} y Q_{ap} extraídos de estos pares de valores utilizando las Ecuaciones 2.5 y 2.6. A 10^{-2} s^{-1} los valores de n_{ap} se encuentran en torno a 8 y los de Q_{ap} por encima de Q_R . Los valores de la tensión de fluencia del material disminuyen progresivamente al disminuir los valores de $\dot{\epsilon}$ y especialmente a temperaturas de ensayo elevadas. Esta disminución es algo más acusada

que en el caso del procesado por ECAP (Nótese la diferencia de escala del eje σ en la Figura 3.28 y 3.29) Este hecho se refleja en los menores valores de n_{ap} a 10^{-4} s^{-1} , que a su vez disminuyen al aumentar la temperatura. Por su parte el valor de Q_{ap} a 10^{-4} s^{-1} es prácticamente Q_R .

Al igual que ocurre en el caso del procesado por ECAP los valores de n_{ap} en torno a 8 en general y de Q_{ap} cercanos a Q_R son indicativos de la operación de un mecanismo de deformación por movimiento de dislocaciones y sus variaciones, al igual que las observadas en el caso de ECAP, serán analizadas en la discusión.

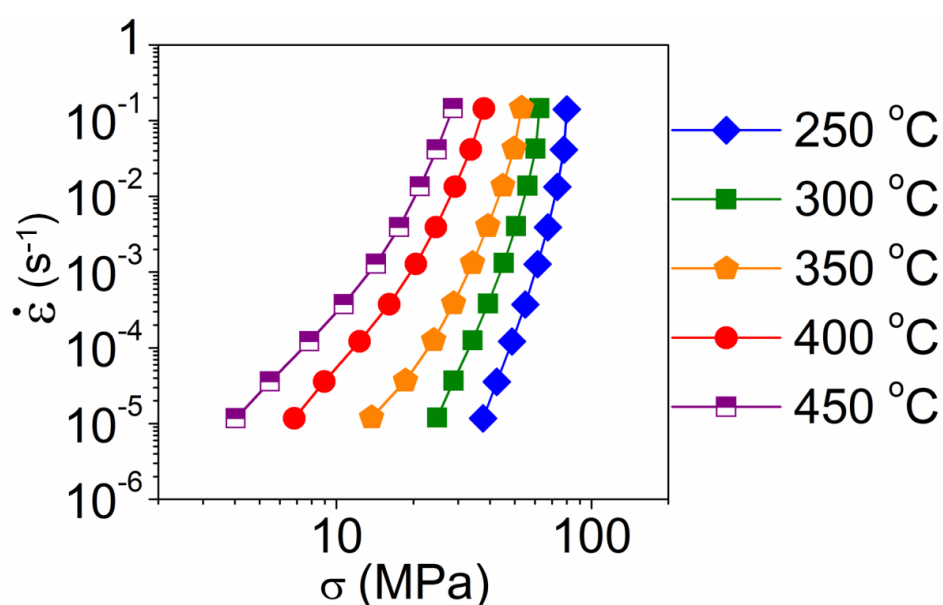


Figura 3.29. Representación en doble escala logarítmica de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ del material procesado por FSP y ensayado a diferentes temperaturas.

Tabla 3.10. Exponentes de la tensión aparentes a 10^{-2} s^{-1} ($n_{ap}^{10^{-2}}$) y 10^{-4} s^{-1} ($n_{ap}^{10^{-4}}$) y energías de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-2}}$) y 10^{-4} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-4}}$) junto con sus valores medios, $\langle Q_{ap}^{10^{-2}} \rangle$ y $\langle Q_{ap}^{10^{-4}} \rangle$, del material por FSP y ensayado a diferentes temperaturas.

T (°C)	$n_{ap}^{10^{-2}}$	$n_{ap}^{10^{-4}}$	$Q_{ap}^{10^{-2}}$ (KJ/mol)	$\langle Q_{ap}^{10^{-2}} \rangle$ (KJ/mol)	$Q_{ap}^{10^{-4}}$ (KJ/mol)	$\langle Q_{ap}^{10^{-4}} \rangle$ (KJ/mol)
250	16,1	9,1	192		147	
300	13,2	7,5	141		137	
350	9,9	5,4	178	167	158	141
400	7,5	4,0	181		153	
450	7,0	3,5	143		110	

3.3. DISCUSIÓN Al-7%Si

Este apartado está dedicado a analizar, comparar y discutir los efectos generados por los procesados mediante ECAP y FSP sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de la aleación Al-7%Si. La discusión se inicia justificando la elección de los parámetros utilizados en ambos procesados para la consecución de los objetivos descritos en el apartado 1.6. A continuación se trata el desarrollo microestructural durante las sucesivas pasadas por ECAP y la comparación con la microestructura desarrollada mediante el procesado por FSP. Se hace hincapié en la ruptura y distribución del microconstituyente eutéctico, los tamaños de grano y las desorientaciones generadas en ambos procesados. Así mismo, se analiza la presencia de silicio en solución sólida en el microconstituyente primario en la aleación de colada y su evolución durante los procesados. Finalmente se discuten las propiedades mecánicas a intermedias y altas temperaturas de la aleación procesada y se analiza la influencia de la microestructura en la resistencia y ductilidad mostrada durante los ensayos. Además se determinó el mecanismo de deformación en los rangos de temperaturas evaluados y se modelizó la influencia de las variaciones microestructurales en los parámetros de fluencia.

3.3.1. Procesado de la aleación Al-7%Si

La aleación Al-7%Si presenta una conformabilidad muy reducida debido principalmente a su inherente heterogeneidad microestructural. Mediante técnicas de deformación plástica severa, tales como el procesado por ECAP o el procesado por FSP, se puede disminuir dicha heterogeneidad [11, 147-149], además de generar un afino microestructural y un aumento de desorientación de las fronteras de (sub)grano que mejore las propiedades mecánicas de la aleación. En este apartado se justifica la elección de unas determinadas condiciones en cada procesado para conseguir las mejoras microestructurales deseadas.

3.3.1.1. Procesado por ECAP

En la búsqueda de la mayor severidad posible, se seleccionó una matriz de ECAP de 90°. No se implementó ángulo de alivio en el ángulo exterior de la matriz puesto que la deformación de cizalla se vería reducida y menos concentrada en el plano de

intersección de los canales, resultando en una menor severidad de procesado [97]. El procesado se realizó a temperatura ambiente, puesto que a mayor temperatura de procesado la tensión requerida para producir una determinada deformación es menor y por tanto, la severidad hubiese sido menor. De esta forma se obtiene un mayor afino microestructural que en el caso de procesar a elevada temperatura.

De las cuatro rutas de procesado posibles en un sistema ECAP de sección cuadrada (Figura 2.4), las rutas A y B_A, denominadas monótonas, producen una mayor redistribución de la microestructura a igualdad de deformación que mediante las rutas cíclicas o redundantes, B_C y C [104]. Concretamente, la ruta A produce la mayor redistribución y, por tanto, ha sido la ruta elegida para esta aleación hipoeutética. Así, se procesó mediante ruta A hasta la aparición de fisuras. En la práctica, 8 fue el mayor número de pasadas antes de agrietar las probetas.

3.3.1.2. Procesado por FSP

En el caso del procesado por FSP sólo se encontró una condición que produjese cordones sin defectos. La baja conformabilidad de la aleación limita una horquilla muy estrecha de condiciones de procesado posibles. Fuera de esta horquilla se producían defectos tipo túnel que resultan en una aleación inservible. Finalmente, la aleación se procesó a una velocidad de rotación de la herramienta (ω) de 2000 rpm, una velocidad de avance (V) de 50,8 mm/min y un ángulo de inclinación del cabezal de 2° con respecto a la dirección de avance del cordón. Cuanto mayor es el valor de ω y menor el de V el aporte calorífico por fricción al material es mayor. La conformabilidad de esta aleación es limitada por la presencia de las partículas de Si del microconstituyente eutético, que facilitan la formación de cavidades durante el procesado que coalescen para formar un defecto tipo túnel [150]. Por tanto, se recurrió a una baja velocidad de avance para aumentar la plastificación del material y evitar la formación de dichos defectos [151].

3.3.2. Microestructura

3.3.2.1. Morfología y distribución del eutéctico

La microestructura de la aleación de partida, mostrada en las Figuras 3.3 y 3.8, consiste en un microconstituyente primario en forma de dendritas de Al, blando y deformable, rodeado del microconstituyente eutéctico solidificado en los espacios interdendríticos, más duro y frágil. Esta distribución heterogénea provoca una respuesta mecánica poco resistente y con una limitada ductilidad, tal como se muestra en las curvas de los correspondientes ensayos de tracción a elevada temperatura en la Figura 3.22.

El procesado por ECAP redistribuye el microconstituyente eutéctico por efecto de la deformación y la geometría de la misma durante dicho procesado. Este hecho se puede observar en las imágenes de microscopía óptica obtenidas el plano Z (Figura 3.4). Según aumenta el número de pasadas (N) se produce un aplastamiento progresivo de las dendritas del microconstituyente primario que acerca las regiones de microconstituyente eutéctico entre sí. La homogeneización total de la microestructura se producirá cuando el espesor de las celdas de dendrita del microconstituyente primario sea del orden de la distancia entre partículas de Si correspondientes a su fracción de volumen [51]. No obstante, en la presente investigación, el número máximo posible de pasadas por ECAP admitidas por el material fue de 8 ($\epsilon \sim 9,2$), insuficiente para observar una homogeneización total de la microestructura mediante este procesado, pero sí suficiente para obtener claras mejoras de las propiedades mecánicas.

Por su parte, el procesado por FSP produce una homogeneización mucho mayor que la observada en ECAP (Figura 3.7). Esto es debido a las elevadísimas deformaciones equivalentes impuestas durante el procesado, que en general tienen un $\epsilon > 20$ [151].

En cuanto a las partículas de silicio pertenecientes al microconstituyente eutéctico, éstas son fracturadas y presentan una morfología angulosa en ambos procesados. El tamaño, sin embargo, depende del procesado utilizado. En el caso de ECAP, la tensión de cizalla se produce en el plano de intersección de ambos canales. La tensión, por tanto, se encuentra muy localizada, lo que implica una gran eficiencia en la ruptura de

las partículas [112], que llegan a valores algo menores a $1\mu\text{m}$ tras 8 pasadas (Tabla 3.1). Por otro lado, en el procesado por FSP, la tensión menor (por la mayor temperatura) se reparte en toda la zona afectada por el paso de la herramienta y la eficiencia en la ruptura de partículas por tanto es menor, tal como reflejan los mayores tamaños de partículas observados en la Tabla 3.3, casi dos veces mayores.

3.3.2.2. Precipitación inducida por la deformación y tamaño de grano

En general, las aleaciones del sistema Al-Si poseen baja ductilidad y resistencia. Tal como se indicó en el apartado 1.1.1, la influencia de los parámetros microestructurales, como el tamaño de las dendritas y la forma y tamaño de las partículas de silicio ha sido estudiado ampliamente [5, 6]. Tradicionalmente, en la literatura se han propuesto algunas soluciones para controlar estos parámetros y mejorar el comportamiento mecánico, tales como variaciones de la velocidad de solidificación [7, 8], adiciones de elementos modificadores de la microestructura [9] y la realización de diversos tratamientos térmicos [10]. En la actualidad, se han llevado a cabo diversos estudios en este tipo de aleaciones sobre la mejora de las propiedades mecánicas a través del beneficioso afino microestructural que proporcionan las técnicas de deformación plástica severa (SPD) [12, 103, 105, 106, 152]. Sin embargo hasta la fecha, no se ha dado la atención suficiente a la cantidad de Si en solución sólida sobresaturada retenida durante la colada y a la posterior precipitación, que influye en la formación de microestructuras finas durante el procesado y las posteriores propiedades mecánicas. Algunos estudios reportan una baja influencia de estos precipitados y atribuyen la mejora de propiedades mecánicas de esta aleación al afino de las partículas de Si del eutéctico [153]. Sin embargo, diversos tratamientos térmicos para variar la cantidad de Si en solución sólida, previos a la deformación por SPD, han probado que ésta influye drásticamente en la formación de la microestructura y las propiedades mecánicas [107, 112].

En la Figura 3.30 se muestra el diagrama de fases del sistema Al-Si señalando, para la composición del 7% en masa de Si, el camino que se sigue, en equilibrio, durante el enfriamiento de la colada. Este enfriamiento al aire es relativamente rápido, fuera del equilibrio, quedando retenido tras la colada en el microconstituyente primario

~1,6% de Si en forma de solución sólida sobresaturada, cercano al límite de solubilidad dado por el diagrama de fases de 1,65 % [112].

En la presente investigación, para evidenciar la presencia de esta solución sólida, se le realizó un tratamiento térmico tras la colada a una batería de probetas consistente en una homogeneización seguida de un enfriamiento muy lento (material S), con el fin de reducir al máximo la sobresaturación de silicio y acercarse a la composición teórica en el equilibrio a T_{amb} predicha en el diagrama de fases (0,05%Si en solución sólida). Ambos materiales, el C de colada y el S tras el tratamiento térmico, fueron procesados por ECAP mostrando, en la Figura 3.2, diferencias notables en la fuerza de procesamiento requerida. La mayor fuerza necesaria para el material C se atribuye a la precipitación inducida desde la primera pasada por la deformación de la solución sólida sobresaturada, formando unos precipitados de tamaño ~50 nm (Figura 3.9.c y d). Esto indica que una elevada fracción de soluto ya precipita en la primera pasada y queda confirmado por el hecho de que 8 pasadas no afina mucho más el tamaño de grano (Tabla 3.2).

En el caso de la aleación procesada por FSP, se observa en la Figura 3.12.b que una gran fracción del silicio en solución sólida se encuentra precipitada. Estos precipitados además son más grandes que los observados tras el procesamiento por ECAP, alcanzando tamaños en torno a ~100 nm. El proceso térmico al cual se atribuye la obtención de estos precipitados es el siguiente:

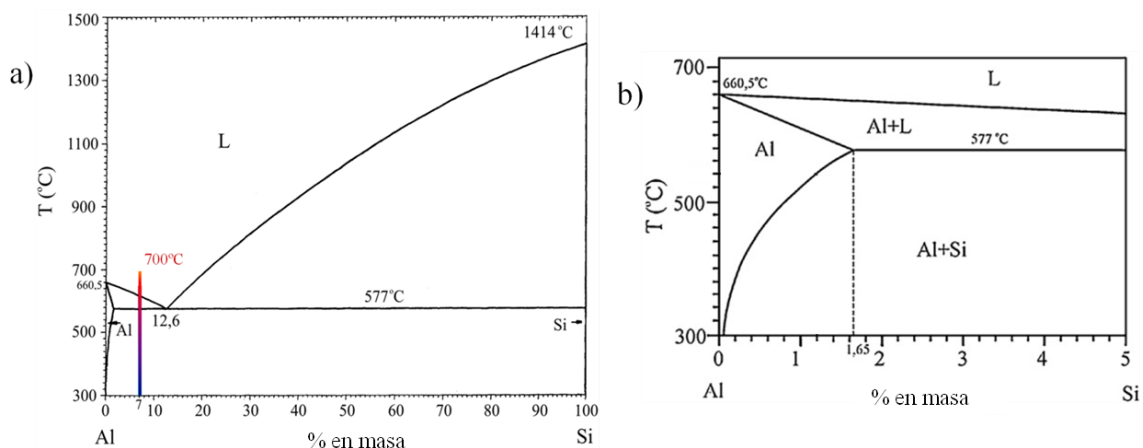


Figura 3.30. Diagrama de fases Al-Si mostrando, a) para la composición del 7%, el descenso de temperatura durante la colada y b) detalle hasta el 5% en Si.

- i. La deformación impuesta en el procesado induce la precipitación de la solución sólida sobresaturada.
- ii. Los precipitados engrosan por efecto de las elevadas deformaciones y temperaturas introducidas por FSP. Además, el procesado se realizó solapando cordones a lo largo de toda la chapa de manera que durante toda la sesión de procesado ésta se encuentra continuamente a una temperatura elevada, favoreciendo la difusión del silicio en la red de aluminio. De esta manera se acentúa el engrosamiento de los precipitados.

La influencia de estos precipitados finos provenientes de la solución sólida es fundamental tanto para la posterior evolución microestructural como, en especial, para las propiedades mecánicas resultantes. En función del procesado y la historia térmica del material, estos precipitados pueden tener diferentes tamaños. Todos los precipitados, incluidos los más finos (recién precipitados), pueden dificultar el movimiento de las dislocaciones y ayudar a la fijación de subgranos [154]. Sin embargo, para dificultar la migración de las fronteras de grano, por ejemplo a elevadas temperaturas, es necesario, en general, un tamaño mínimo [155-157].

En cuanto al tamaño de grano, es de esperar que debido a la mayor distancia entre precipitados (por su mayor tamaño) y el aumento de temperatura producido durante el procesado por FSP, se genere un tamaño mayor que en el caso de ECAP. Así queda reflejado en los tamaños de granos superiores a $1\text{ }\mu\text{m}$ (Tabla 3.4) y distribuciones que tienden a ser normales en lugar de lognormales. Estas distribuciones normales (Figura 3.14), provienen de la microestructura deformada severamente por FSP seguida de un crecimiento de grano, el cual está delimitado por la distribución homogénea de precipitados y partículas de silicio en la matriz de aluminio.

3.3.2.3. Microtextura y desorientación

Las figuras de polos obtenidas a partir de los mapas EBSD de la Figura 3.15 muestran una evolución en la microtextura del material en las sucesivas pasadas por ECAP. El material 1p tan sólo muestra unas determinadas componentes, concretamente la B_1 ($1\bar{1}2$)(110) y su simétrica B_2 ($\bar{1}1\bar{2}$)(110). Al procesar un número mayor de pasadas se impone una mayor deformación en el material que aumenta la desorientación y facilita la aparición de un mayor número de componentes a lo largo de la fibra, por lo

que la intensidad máxima de los picos disminuye a menos de la mitad. Tanto es así que en el material 8p se observa prácticamente al completo toda la fibra B (ver Figura 1.25).

En el caso del procesado por FSP, las figuras de polos obtenidas a partir del mapa de EBSD de la Figura 3.17, muestran una intensidad baja, algo menor que la del procesado 8p por ECAP. Esto es debido a la gran deformación que impone el procesado al material, que produce una “aleatorización” (*randomization*) del mismo impidiendo la dominancia de una determinada componente o fibra. No obstante, la deformación impuesta se produce principalmente por cizalla y ciertas componentes pueden ser discernibles en función de la zona donde se realice el análisis [86, 87, 89]. En el caso de estudio, la zona donde se realizó el mapa de la Figura 3.17 se encuentra situada en la zona de avance del cordón. En esta zona se pueden discernir ligeramente algunas componentes rotadas de la fibra B con alguna presencia de la componente cubo $\{100\}[100]$, que en la literatura se atribuye a la restauración extendida acaecida durante el enfriamiento del material tras el procesado [158].

En cuanto a la desorientación que se produce en cada procesado, la Figura 3.16 muestra cómo para ECAP es necesario un número elevado de pasadas para conseguir una elevada desorientación, mientras que el procesado por FSP, en la Figura 3.18, consigue una distribución cercana al azar desde el principio. Este hecho es atribuible a las elevadas deformaciones que se imponen durante el procesado por FSP, generando una elevada desorientación de los granos [159].

3.3.2.4. Microestructura tras los ensayos a alta temperatura

El estudio de la microestructura tras los ensayos de tracción a elevada temperatura revela importante información de cara a la determinación del mecanismo de deformación.

Los mapas EBSD en la Figura 3.19 se muestran como el tamaño de grano (HABs) del material 1p ha engrosado considerablemente tras el ensayo a 400 °C llegando a alcanzar tamaños en torno a 17 μm , tanto en la zona deformada como en la mordaza. Este valor es menor que el espaciado entre zonas de eutéctico. Ello se atribuye a la presencia de finos precipitados de Si provenientes de la solución sólida sobresaturada inicial. Ahora bien, se ha de hacer notar que en la zona deformada los granos se

encuentran alargados en la dirección de tracción y se ha formado una estructura de subgranos (LABs) de tamaño $\sim 8 \mu\text{m}$, que correspondería a la distancia entre los precipitados finos más recientes.

Por otro lado, en la Figura 3.20, para el material 8p se observa que el tamaño de grano ha engrosado hasta alcanzar valores cercanos a $10 \mu\text{m}$ tanto en mordaza como en zona deformada. En este caso los precipitados finos han engrosado y las partículas de silicio del microconstituyente eutéctico adquieren mayor relevancia en la evolución microestructural. Así, en general, los granos han crecido hasta un tamaño próximo a la distancia entre las partículas de silicio del microconstituyente eutéctico, más cercanas entre sí en este caso que en el 1p. Asimismo, los granos se encuentran alargados en la dirección de tracción.

Por último, el escenario para el material procesado por FSP es similar al observado en el caso del material 8p. No obstante, debido a que el procesado por FSP se produce a elevada temperatura y grandes deformaciones, los precipitados finos provenientes de la solución sólida engrosan considerablemente más que en el caso del procesado por ECAP. De esta forma, el papel de las partículas del microconstituyente eutéctico, en este caso, es más relevante. Así, el procesado por FSP redistribuye homogéneamente el microconstituyente eutéctico, resultando en una distancia entre partículas menor que en el caso del material 8p, obteniéndose un tamaño de grano tanto en mordaza como tras el ensayo a 400°C en torno a $8 \mu\text{m}$, como se observa en la Figura 3.21.

3.3.3. Propiedades mecánicas.

Los ensayos de tracción a intermedias y elevadas temperaturas de la aleación Al-7%Si de colada, en la Figura 3.22, revelan una baja resistencia y ductilidad de la aleación en el intervalo de temperaturas estudiado. Esto es debido a la inherente microestructura hipoeutéctica y a cierta porosidad producidas en la colada de la aleación.

El comportamiento mecánico de la aleación de colada fue mejorado gracias al procesado por ECAP (Figura 3.23). La resistencia aumenta notablemente desde la

primera pasada de ECAP. Por su parte la ductilidad necesita un mayor número de pasadas para superar a la de la aleación de colada. Este hecho está relacionado con la gran acritud, debida a la elevada densidad de dislocaciones y la formación de LABs, que presenta el material procesado una sola pasada frente a 4 y 8 pasadas respectivamente. Un mayor número de pasadas deriva en una progresiva restauración microestructural, aumentando la proporción de HABs en detrimento de la fracción de LABs. Por la misma razón, los valores de tenacidad son mayores en el material procesado que en el material de partida y aumentan según lo hace N , llegando a multiplicar por 5 el valor de la tenacidad de la aleación de partida a 200 °C cuando se procesa hasta 8 pasadas de ECAP.

Por otro lado, el material procesado por FSP (Figura 3.25) se muestra algo más resistente que el material de partida pero sin llegar a los valores obtenidos en el procesado por ECAP (Tablas 3.6 y 3.7 respectivamente). Esto se atribuye a la menor acritud que tiene lugar durante el FSP ya que la deformación se produce a alta temperatura. No obstante, los valores de ductilidad sí que se ven incrementados notablemente cuando se procesa por FSP. Así mismo, los valores de tenacidad son elevados, similares a aquellos encontrados cuando se procesa la aleación por ECAP 8 pasadas. Por tanto, el procesado por FSP proporciona una mejor conformabilidad para la aleación Al-7%Si que el procesado por ECAP, ya que produce un material de similar tenacidad pero con mayor ductilidad.

3.3.3.1. Mecanismos de deformación

Teniendo en cuenta las características microestructurales analizadas en el apartado 3.3.2, tales como los tamaños de grano finos y la elevada desorientación, los posibles mecanismos de deformación que pueden operar a temperaturas intermedias y altas en esta aleación son:

- a) Movimiento de dislocaciones con formación de una subestructura dependiente de la tensión, cuya ecuación constitutiva es la Ecuación 1.7. El trepado de dislocaciones es el proceso más lento y por tanto controla la deformación. Se caracteriza por un exponente de la tensión de 5, energía de activación $Q=Q_R$ y la

formación de un tamaño de grano dependiente de la tensión, según la Ecuación 1.8.

- b) Movimiento de dislocaciones a subestructura constante, cuya ecuación constitutiva es la mostrada en la Ecuación 1.9. El tamaño de subgrano está condicionado por la distancia entre precipitados/partículas (λ_p) y permanece constante independientemente de la tensión aplicada. Se caracteriza por tensiones de fluencia elevadas, ductilidades moderadas, un exponente de la tensión de 8, $Q=Q_R$ y una dependencia de $\dot{\epsilon}=\dot{\epsilon}(\lambda_p^3)$. Nótese que pese a que el mecanismo se denomine de "subestructura constante" esto no implica que la microestructura no pueda variar durante el ensayo, sino que el tamaño de subgrano formado está fijado por λ_p . De esta forma se genera una subestructura más fina y resistente de lo que correspondería al mecanismo de $n=5$.
- c) Deslizamiento de fronteras de grano, cuyas ecuaciones constitutivas son las Ecuaciones 1.3-4. Cuando un material deforma mediante este mecanismo se observan elevadas ductilidades y tensiones de fluencia bajas en un determinado intervalo de temperaturas y velocidades de deformación. Además, tras la deformación los granos permanecen equiaxiales, sin reflejar la gran deformación a la que han sido sometidos. Se caracteriza, generalmente, por un exponente de la tensión de 2, $Q=Q_{FG}$ a $0,4T_f < T < 0,6T_f$ o $Q=Q_R$ a $T > 0,6T_f$.

A continuación se analiza el mecanismo de deformación a alta temperatura para el material de partida y tras los diferentes procesados.

3.3.3.1.1. Mecanismos de deformación del material de partida

En las figuras $\dot{\epsilon}$ - σ (Figura 3.27) se puede observar que el material de partida se comporta de manera resistente a elevada temperatura. Los valores de la tensión son más elevados que los del aluminio puro, como se mostrará más adelante. Los valores de los exponentes de la tensión aparente (n_{ap}) son elevados, en torno a 8 o superiores, mientras que los valores de $Q_{ap} \sim Q_R=142$ kJ/mol o superiores (Tabla 3.8), lo cual apunta a la operación de un mecanismo de deformación por movimiento de dislocaciones a subestructura constante.

Para evidenciar este comportamiento es conveniente comparar estos datos con los del aluminio puro, material cuyo mecanismo de deformación es bien conocido: el de

movimiento de dislocaciones controlado por trepado con formación de subgrano dependiente de la tensión. Una representación adecuada es aquella que normaliza todos los datos del aluminio a diferentes temperaturas, velocidades de deformación y tensiones en una sola curva maestra. Para ello, se normalizan los valores de velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) y tensión (σ) con el coeficiente de autodifusión del Al puro en la red (D_R) y el módulo de Young (E), respectivamente. En la Figura 3.31 se han representado datos de tensión (σ) y de velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) del aluminio puro, tomados de [160], y de la aleación de partida, extraídos de los ensayos con cambios en la velocidad de deformación. Los datos de σ aparecen compensados por el valor del módulo de Young (E) para cada temperatura [141] y los de $\dot{\epsilon}$ por el coeficiente de autodifusión del Al puro en la red (D_R) [161] y D_{eff} en los del aluminio puro [160]. En esta figura se observa claramente que el material de partida es más resistente que el aluminio puro en el intervalo estudiado de temperaturas, 200-400°C.

En cuanto a las pendientes de las curvas, en la Figura 3.31, se muestra que los valores de los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ del aluminio puro en la región donde se puede aplicar la ley potencial ($\dot{\epsilon}/D_R < 10^{13} \text{m}^{-2}$) caen sobre una misma línea de pendiente 5. Por el contrario, los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ en la zona de ruptura de la ley potencial ($\dot{\epsilon}/D_R > 10^{13} \text{m}^{-2}$) presentan pendientes crecientes. El material de partida, por otra parte, muestra que los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ se sitúan en torno a una línea de pendiente 8. También se aprecia que la pendiente disminuye ligeramente al aumentar la temperatura de ensayo. Esto es debido principalmente a los cambios microestructurales que el material sufre por el efecto de la temperatura y el tiempo.

Los datos observados son consistentes con el mecanismo de $n=5$ en el aluminio puro y con el de $n=8$ en la aleación Al-7%Si. El mecanismo de $n=8$ aflora debido a la fina precipitación del silicio en solución sólida sobresaturada a la temperatura de ensayo. De esta manera, en general, la curva del Al-7%Si se va separando de la curva del aluminio puro hacia valores de tensión más elevados según aumenta la temperatura a causa de esta precipitación, que dificulta el movimiento de dislocaciones y evita la formación de subgranos grandes como correspondería a la relación $\lambda \propto 1/\sigma$ de la Ecuación 1.8.

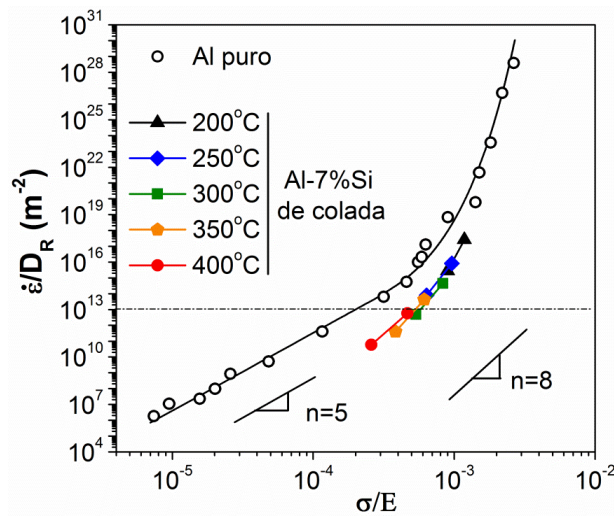


Figura 3.31. Representación de los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el aluminio puro [160] y para la aleación Al-7%Si de partida.

Se ha de hacer notar que los puntos correspondientes a los ensayos a menores temperaturas se adentran en la zona de ruptura de la ley potencial. En esta zona los exponentes de la tensión aparentes aumentan rápidamente con la tensión para todos los mecanismos de deformación. Este hecho está de acuerdo con los mayores valores de n_{ap} obtenidos para las más bajas temperaturas estudiadas.

En cuanto a los valores de energía de activación aparente, Q_{ap} (Tabla 3.8), para $\dot{\epsilon}=10^{-2} \text{ s}^{-1}$, $Q_{ap} \sim Q_R = 142 \text{ kJ/mol}$. Este valor teórico corresponde a la energía de activación asociada difusión de vacantes a través de la red, Q_R , y es el valor típico a altas temperaturas, incluido el mecanismo de $n=8$. El valor de Q_{ap} para una velocidad de deformación de 10^{-4} s^{-1} es mayor que para 10^{-2} s^{-1} . De nuevo, este hecho, al igual que la disminución de n_{ap} comentada anteriormente, está asociado a cambios microestructurales a elevadas temperaturas y tiempos de ensayo largos. Estos cambios microestructurales son debidos a la evolución que sufren los precipitados de silicio durante los ensayos y se discutirán en mayor detalle en el apartado 3.3.3.2.

En resumen, el material de partida no presenta deslizamiento de fronteras de grano (mecanismo de $n=2$), caracterizado por grandes bajadas en la tensión de fluencia (σ), aumento de ductilidad en una determinada ventana de temperaturas (ventana superplástica) y valores de n_{ap} bajos. El mecanismo observado es el de movimiento de dislocaciones a subestructura constante, con $n=8$, caracterizado por tensiones de fluencia elevadas, alargamientos moderados y exponentes de la tensión aparentes altos.

3.3.3.1.2. Material procesado por ECAP

De la misma forma que en el material de partida, en la Figura 3.28 se muestran los pares $\dot{\epsilon}$ - σ del material procesado por ECAP. Se observa que el material procesado es resistente a elevada temperatura, sin caídas grandes de la tensión de fluencia. Los valores del exponente aparente de la tensión a 10^{-2} s^{-1} , $n_{ap}^{10^{-2}}$ (Tabla 3.9), es de aproximadamente 8 de media. Estos valores son similares a los correspondientes al material de partida. Asimismo, para una velocidad de deformación más baja, como por ejemplo, 10^{-4} s^{-1} , el valor del exponente de la tensión aparente, $n_{ap}^{10^{-4}}$, es menor que para 10^{-2} s^{-1} . Esto indica que el material procesado, al igual que el de partida, sufre cambios microestructurales durante los ensayos.

En las Figuras 3.32 se han representado los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el Al puro, el material de partida y el material procesado 1, 4 y 8 pasadas respectivamente. En ellas se observa que el material procesado es más resistente que el material de partida a las temperaturas ensayadas, especialmente a las temperaturas más bajas, hasta 300 °C. La mayor resistencia se atribuye al menor tamaño de (sub)grano inicial con respecto al del material de partida. No obstante, a temperaturas superiores se produce un crecimiento del tamaño de (sub)grano y se pierde resistencia, hasta comportarse de manera similar al material de partida. Las sutiles diferencias de propiedades mecánicas entre los tres materiales procesados por ECAP se deben a la influencia de los finos precipitados en sus distintas fases de evolución, como se detallará más adelante, en el apartado 3.3.3.2.

En un principio, la microestructura fina del material procesado por ECAP puede ser candidata a sufrir una deformación a elevada temperatura mediante deslizamiento de fronteras de grano, especialmente en aquellas condiciones donde la desorientación es mayor, por ejemplo en el material 8p. No obstante, no se observaron disminuciones acusadas de la tensión de fluencia, alargamientos elevados, ni exponentes de la tensión en torno a 2.

Los valores de tensiones de fluencia elevados, las moderadas ductilidades, valores de n_{ap} en torno a 8 y de Q_{ap} en torno a Q_R indican que el mecanismo de deformación para la aleación Al-7%Si procesada por ECAP es el de movimiento de dislocaciones a subestructura constante.

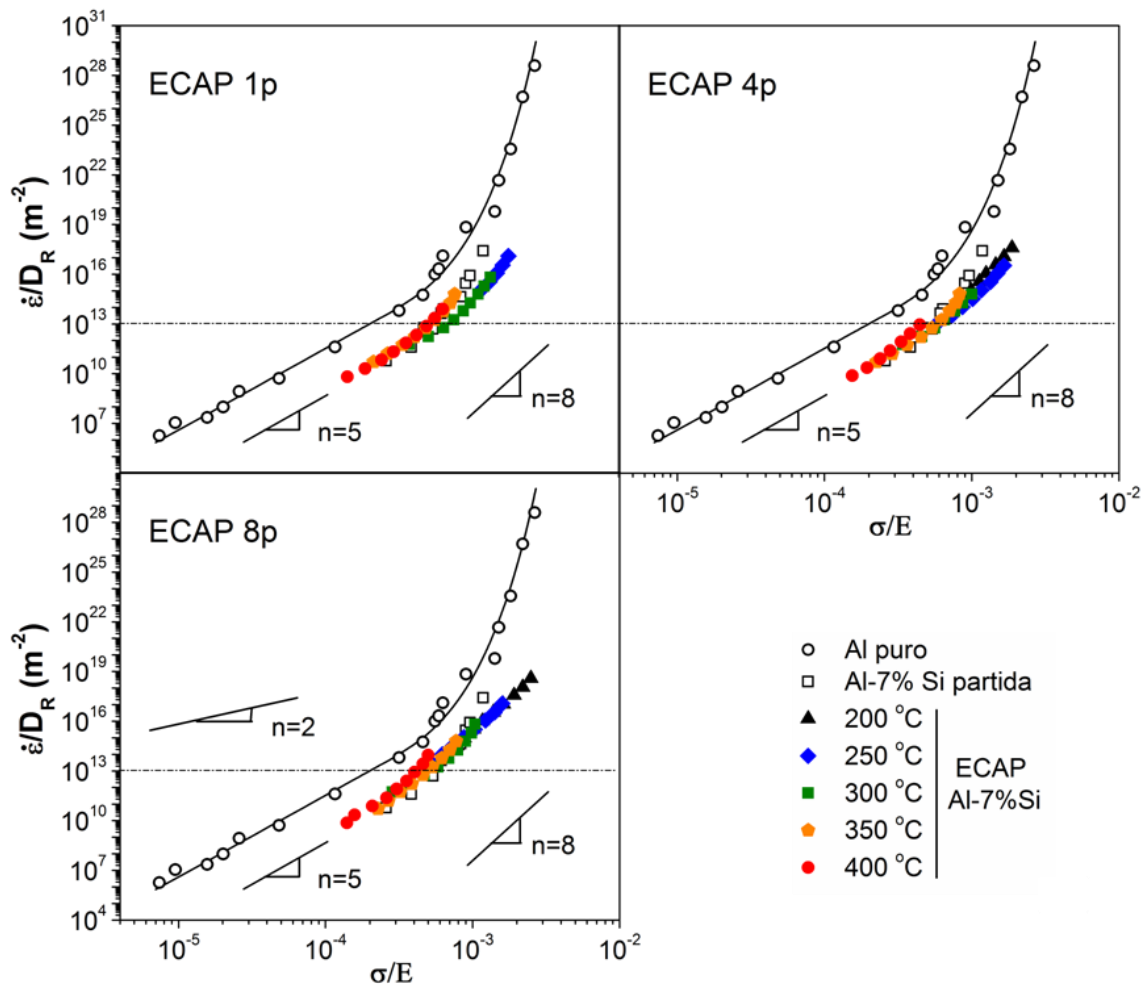


Figura 3.32. Representación de los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el aluminio puro [160], la aleación Al-7%Si de partida y la aleación procesada 1, 4 y 8 pasadas de ECAP respectivamente.

3.3.3.1.3. Material procesado por FSP

En la Figura 3.28 se muestran los pares $\dot{\epsilon} - \sigma$ del material procesado por FSP. De nuevo se observa como el material procesado es resistente a elevada temperatura, sin la presencia de caídas grandes de la tensión de fluencia. Los valores del exponente aparente de la tensión a 10^{-2} s^{-1} , $n_{ap}^{10^{-2}}$ (Tabla 3.10), se encuentran en torno a 8 y en valores superiores, similar a lo observado en el material de partida y el procesado por ECAP. Así mismo, para una velocidad de deformación más baja, como 10^{-4} s^{-1} , el valor del exponente de la tensión aparente, $n_{ap}^{10^{-4}}$, es menor que para 10^{-2} s^{-1} . De nuevo este

hecho indica que el material procesado sufre engrosamiento microestructural durante los ensayos.

En las Figura 3.33 se han representado los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el Al puro, el material de partida y el material procesado por FSP. Se observa que el material procesado es más resistente que el material de partida a las temperaturas ensayadas, especialmente a las temperaturas más bajas, hasta 300 °C. A las temperaturas más altas este material va perdiendo su resistencia paulatinamente para acercarse a los valores del aluminio puro.

Al igual que en el caso del material procesado por ECAP, la microestructura fina y altamente desorientada obtenida mediante el procesamiento por FSP podría, en un principio, ser candidata a sufrir una deformación a elevada temperatura mediante deslizamiento de fronteras de grano. Sin embargo, no se observan disminuciones de la tensión de fluencia, alargamientos extraordinarios ni granos equiaxiales tras la deformación. Así mismo los exponentes de la tensión se encuentran alejados de 2.

De nuevo, los valores de tensiones de fluencia elevados, las moderadas ductilidades, valores de n_{ap} en torno a 8 y de Q_{ap} en torno a Q_R indican que el mecanismo de deformación para la aleación Al-7%Si procesada por ECAP es el de movimiento de dislocaciones a subestructura constante.

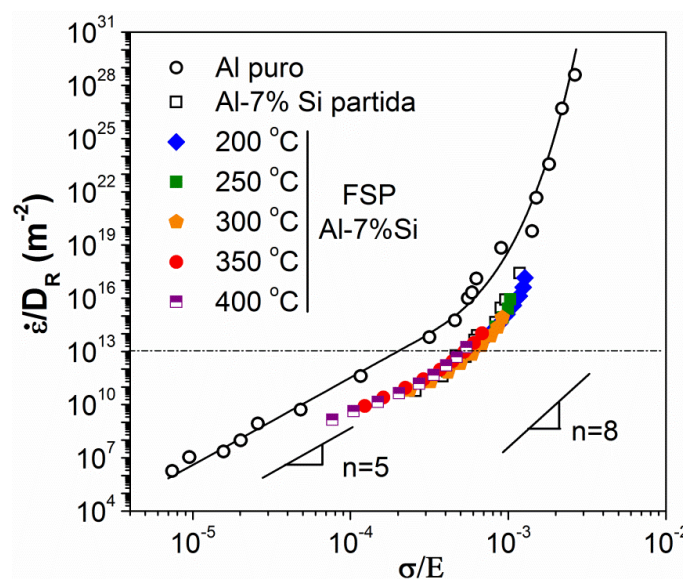


Figura 3.33. Representación de los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el aluminio puro [160], la aleación Al-7%Si de partida y la aleación procesada por FSP.

3.3.3.1.4. Causas de la ausencia de superplasticidad

La aleación Al-7%Si en ninguno de los estados estudiados presenta evidencias de superplasticidad en el rango de temperaturas de ensayo. Las tensiones de fluencia no sufren una caída hacia valores extremadamente bajos, no se obtienen grandes alargamientos y los granos se muestran alargados tras la deformación impuesta. Además, se forma una subestructura independiente de la tensión, determinada por la distancia entre precipitados/partículas. En este apartado se discuten las razones por las que no opera el mecanismo de deslizamiento de grano.

En la aleación de partida, el elevado tamaño de grano inicial (tamaño de celda de dendrita, 40~80 μm) y la heterogénea distribución de las partículas de segunda fase rodeando las dendritas impiden la aparición de superplasticidad. Además, y confirmando esta situación, se produce durante los ensayos la precipitación de silicio en la matriz, proveniente de la solución sólida sobresaturada, que genera una subestructura determinada por la distancia entre precipitados, aumentando la resistencia a la fluencia respecto al aluminio puro.

Tanto el procesado por ECAP como el procesado por FSP rompen y redistribuyen las partículas del eutéctico. Además, generan un tamaño de grano fino, asistido por la precipitación inducida por deformación durante el procesado de pequeños precipitados de silicio, provenientes de la solución sólida sobresaturada. No obstante, la redistribución conseguida procesando por ECAP no llegó a ser tan efectiva como la producida por el procesado por FSP. En cuanto a la desorientación, no todas las condiciones estudiadas generan una desorientación media apropiada. En esta línea, cabría esperar una mejor respuesta en el material procesado 8 pasadas de ECAP o el material procesado por FSP. Así, éste último sería el mejor candidato a experimentar deslizamiento de fronteras de grano por la mayor homogeneidad microestructural conseguida. Sin embargo, el deslizamiento de los granos se ve impedido en todas las condiciones de procesado debido a:

- i) Partículas de silicio eutécticas de excesivo tamaño (1~2 μm) que dificultan la acomodación del deslizamiento de fronteras de grano.
- ii) Formas angulosas de las partículas de silicio eutécticas impidiendo el deslizamiento de fronteras de grano.

- iii) Apantallamiento de la carga en las dendritas por la mayor transferencia de carga en las zonas eutécticas donde se sitúan preferentemente las partículas gruesas de silicio, especialmente en el procesado por ECAP.
- iv) Inestabilidad térmica inicial de los (sub)granos, principalmente, y posterior incapacidad de los finos precipitados de silicio de frenar el crecimiento de estos (sub)granos. Además, los finos precipitados engrosan durante los ensayos a alta temperatura favoreciendo el engrosamiento microestructural.

3.3.3.2. Influencia de los precipitados de silicio en las propiedades mecánicas

Como se ha evidenciado en el apartado 3.3.3.1, el mecanismo que opera en la aleación tanto de partida, como procesada por ECAP y FSP es el de deformación por movimiento de dislocaciones a subestructura constante. Ahora bien, las predicciones de este mecanismo, según la Ecuación 1.9, se ven afectadas por el engrosamiento microestructural que acontece durante los ensayos. Esto se refleja en una variación de los valores de n_{ap} y Q_{ap} obtenidos con respecto a los teóricos. En este apartado se discute la causa de dicha variación utilizando las evidencias experimentales observadas y su comparación con las relaciones analíticas que muestran las dependencias $n=n(\lambda)$ y $Q=Q(\lambda)$.

La variación de los valores de $\sigma_{0,2}$ y σ_{max} con la temperatura proporcionan información útil sobre la evolución microestructural del material durante los ensayos de tracción. En la Figura 3.34 se muestran los valores de $\sigma_{0,2}$ (a) y σ_{max} (b) extraídos de las curvas de tracción de las Figuras 3.22, 3.23 y 3.25 y representados frente a la temperatura para la aleación de partida y procesada por ECAP y FSP.

Los valores de $\sigma_{0,2}$ y σ_{max} están fuertemente influenciados por la evolución de los precipitados de silicio proveniente de la solución sólida sobresaturada y que precipitan durante el procesado. Estos precipitados favorecen la formación de una microestructura más fina de lo que cabría esperar en ausencia de los mismos [107, 112, 123], proporcionando una mayor resistencia y estabilidad térmica mientras puedan impedir el crecimiento de los (sub)granos.

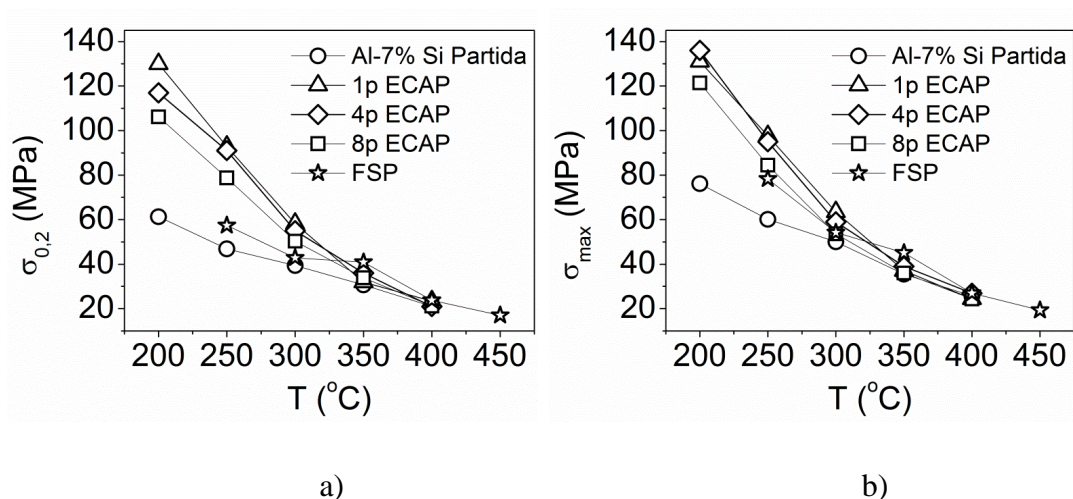


Figura 3.34. Representación de los valores de $\sigma_{0.2}$ (a) y σ_{max} (b) frente a la temperatura para la aleación de partida y procesada por ECAP y FSP.

En la aleación de partida todo el silicio susceptible de precipitar se encuentra retenido en solución sólida (~1,6%). Cuando comienzan los ensayos, al elevar la temperatura, el silicio comienza a precipitar finamente, formando una subestructura determinada por la distancia entre precipitados, λ_p . Al aumentar T y disminuir $\dot{\epsilon}$, se produce el engrosamiento de los precipitados por efecto de la temperatura, tiempo y deformación, lo cual hace que aumente λ_p . Según la ecuación constitutiva del mecanismo de $n=8$ (Ecuación 1.9), al aumentar la distancia entre partículas (λ_p), disminuye la tensión a una velocidad de deformación impuesta. En consecuencia, puesto que Q relaciona la "distancia" entre los valores de tensión a dos temperaturas para una misma velocidad de deformación (Ecuación 2.8), esta disminución de la tensión provoca que esa distancia se incremente, aumentando los valores de energía de activación aparente con respecto al valor teórico Q_R .

En el caso del material procesado por ECAP, el material 1p posee una menor fracción en volumen de precipitados de silicio antes de ensayar que el procesado 4p y 8p. Por tanto, en 1p precipitará la fracción de precipitados que todavía quedan en forma de solución sólida sobresaturada, en función del tiempo y la temperatura durante los ensayos de tracción. En el caso del material procesado 8p, donde la totalidad del silicio ha precipitado durante las sucesivas pasadas de ECAP, los precipitados presentes únicamente pueden engrosar en los ensayos. Por tanto, es esperable una estabilidad extra a elevada temperatura en el caso del material procesado 1p debido a que la

precipitación continúa durante los ensayos. Esta situación se corrobora en la Figura 3.34.b, donde se observa que el material procesado más pasadas alcanza antes el comportamiento de la aleación de colada, a 300 °C, que el procesado 1p, que lo hace a 350 °C. Así mismo en la Figura 3.32 se muestran tres hechos que confirman este escenario. Todos los datos para 4 y 8p se encuentran posicionados en una misma curva, mostrando un comportamiento monótono. Sin embargo, los datos del material 1p muestran:

- i) Mayor resistencia y mayor pendiente a $T \leq 300$ °C que la aleación de partida y los materiales procesados 4 y 8p.
- ii) Una curvatura hacia menores pendientes a 300 °C a bajas $\dot{\epsilon}$ (mayores tiempos de ensayo).
- iii) Una repentina pérdida de resistencia a 350 °C hacia valores similares al de la aleación de partida y los materiales procesados 4 y 8p.

Este comportamiento está relacionado con el hecho de que la difusividad del silicio en aluminio a 300 °C comienza a ser elevada, permitiendo el engrosamiento de los finos precipitados de silicio, aumentando la distancia entre ellos, λ_p , y contribuyendo a la inestabilidad microestructural observada [162]. Es decir, el material 1p durante el ensayo simultanea la precipitación con el engrosamiento de los precipitados generados durante el procesado, permitiendo una resistencia extra a elevada temperatura ($\leq 300^\circ\text{C}$) que no tienen el material procesado 4p y 8p. Por ejemplo, se puede observar cómo, para una misma temperatura de 250° C, el material procesado a 1 pasada es más resistente que el de 4p y éste que el de 8p indicando que a 1 pasada, la precipitación inducida fue parcial, a 4p se dio en un porcentaje importante y a 8p fue total.

El caso del procesado por FSP es similar al ocurrido en el material 8p con la particularidad de que los precipitados han engrosado más antes de los ensayos, tal y como se discute en el apartado 3.3.2.2. Por tanto, la única evolución microestructural posible es la de continuar el engrosamiento de los mismos, que sucede cuando la difusión del silicio en la matriz de aluminio es elevada, es decir, a temperaturas por encima de 300 °C.

En definitiva, el efecto de los pequeños precipitados provenientes de la solución sólida es decisivo en el comportamiento a elevada temperatura. Aquellos procesados que presenten baja precipitación inducida (pocas pasadas), sufrirán durante el ensayo la conclusión de dicha precipitación, esta vez por efecto de la temperatura, lo cual otorga al material una resistencia superior. Junto a la finalización de la precipitación, sufrirán además un engrosamiento de los precipitados, aumentando posteriormente el valor de λ_p . Por el contrario, aquellos procesados donde la precipitación haya sido total (muchas pasadas de ECAP o el procesado por FSP), sufrirán engrosamiento de los precipitados desde el comienzo de los ensayos incrementando adicionalmente el valor de λ_p , y, por tanto, disminuyendo la resistencia, el valor de n_{ap} y aumentando el valor de Q_{ap} . En la Figura 3.35 se muestra un esquema donde se resume la evolución de λ_p , explicada en este apartado, en función del procesado y los posteriores ensayos de tracción.

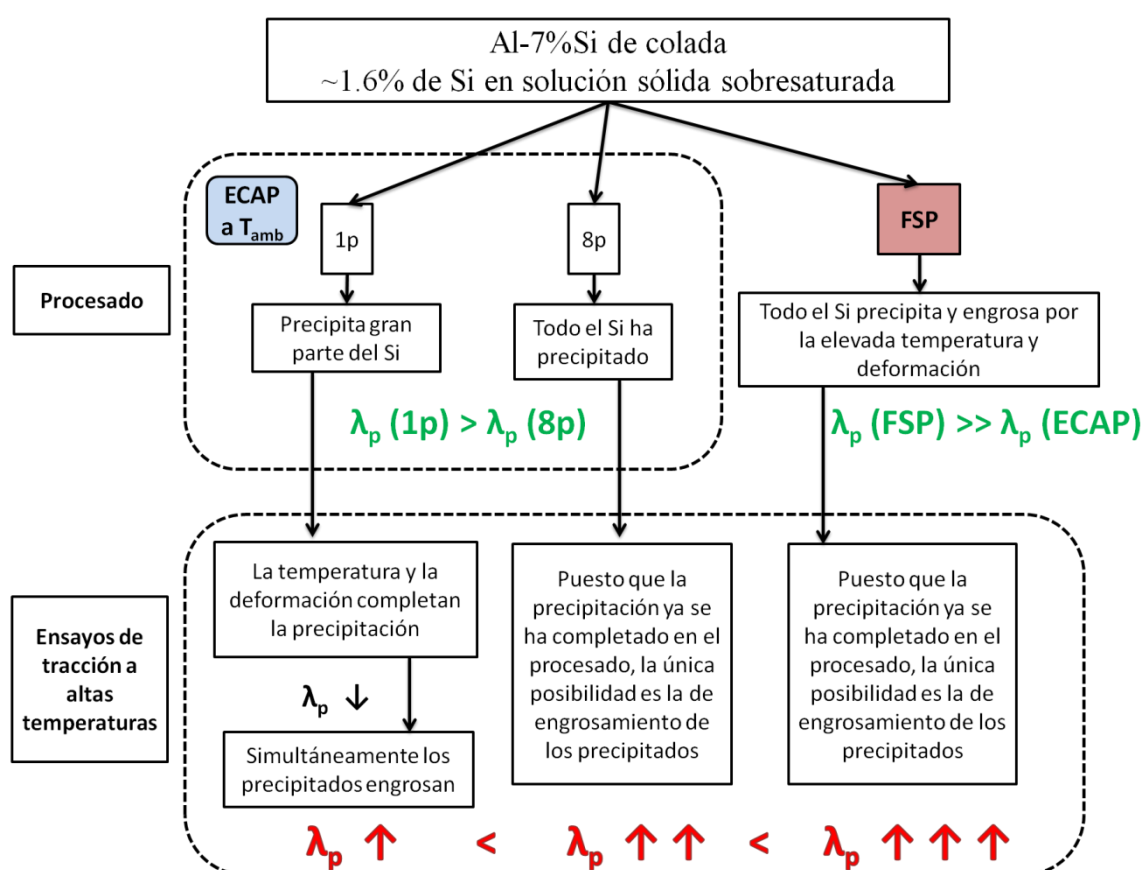


Figura 3.35. Esquema de la evolución de λ_p en función del procesado y los posteriores ensayos de tracción realizados en la Al-7%Si en la presente investigación.

Las variaciones de n_{ap} y Q_{ap} con la variación de λ_p pueden ser deducidas analíticamente [163-165]. En la región donde la ley potencial puede ser aplicada, cuando opera el mecanismo de movimiento de dislocaciones a subestructura constante, la relación analítica para $n = n(\lambda_p)$ puede ser deducida utilizando su definición (Ecuación 2.5) y la ecuación constitutiva del mecanismo (Ecuación 1.9), tal y como muestra la Ecuación 3.1:

$$n(\lambda) = \left. \frac{\partial \ln(\dot{\epsilon})}{\partial \ln\left(\frac{\sigma}{E}\right)} \right|_T = \left. \frac{\partial \ln\left[\left(\frac{\sigma}{E}\right)^8 \left(\frac{\lambda}{b}\right)^3\right]}{\partial \ln\left(\frac{\sigma}{E}\right)} \right|_T = \left. \frac{\partial \ln\left(\frac{\sigma}{E}\right)^8}{\partial \ln\left(\frac{\sigma}{E}\right)} \right|_T + \left. \frac{\partial \ln\left(\frac{\lambda}{b}\right)^3}{\partial \ln\left(\frac{\sigma}{E}\right)} \right|_T = 8 + 3 \left. \frac{\partial \ln \lambda}{\partial \ln \sigma} \right|_T \quad [3.1]$$

De la misma manera, la expresión analítica para $Q = Q(\lambda_p)$ se obtiene de su definición (Ecuación 2.6) y la ecuación constitutiva (Ecuación 1.9) tal y como se muestra en la Ecuación 3.2:

$$Q(\lambda) = nR \left. \frac{\partial \ln\left(\frac{\sigma}{E}\right)}{\partial \ln\left(\frac{1}{T}\right)} \right|_{\dot{\epsilon}} = 8R \left. \frac{\partial \ln\left(\frac{\dot{\epsilon}}{D_R}\right)^{1/8}}{\partial \ln\left(\frac{1}{T}\right)} \right|_{\dot{\epsilon}} + 8R \left. \frac{\partial \ln\left(\frac{\lambda}{b}\right)^{-3/8}}{\partial \ln\left(\frac{1}{T}\right)} \right|_{\dot{\epsilon}} = Q_R - 3R \left. \frac{\partial \ln \lambda}{\partial \ln\left(\frac{1}{T}\right)} \right|_{\dot{\epsilon}} \quad [3.2]$$

Cuando la microestructura permanece estable durante los ensayos, $\Delta\lambda_p = 0$ y por tanto $n=8$. Puesto que la derivada de λ_p en la Ecuación 3.1 es negativa, al engrosar la microestructura $n < 8$. De la misma manera, en el caso de Q en la Ecuación 3.2, si la microestructura permanece estable, $\Delta\lambda_p = 0$ y entonces $Q = Q_R$. Sin embargo, al engrosar la microestructura, $Q > Q_R$.

Puesto que $n_{ap} < 8$ y $Q_{ap} > Q_R$ cuando $\Delta\lambda > 0$, al engrosar la microestructura, la relación Q_{ap}/n_{ap} se incrementará [165]. En la Figura 3.36 se muestra la variación de Q_{ap}/n_{ap} con la temperatura a dos $\dot{\epsilon}$ (10^{-2} y 10^{-4} s^{-1}) para el material 8p. Se ha seleccionado este material para mostrar este análisis debido a que en este caso la precipitación se completó totalmente antes de los ensayos de tracción, quedando tan sólo la posibilidad de engrosamiento de los precipitados durante los ensayos en función de la temperatura y el tiempo. La línea punteada representa el valor teórico de $Q/n = Q_R/8 = 17,8 \text{ kJmol}^{-1} \text{ K}^{-1}$ para el mecanismo de movimiento de dislocaciones a subestructura constante. En la figura se observa que los valores de Q_{ap}/n_{ap} para la aleación procesada son cercanos a $Q_R/8$ a $T \leq 300 \text{ }^\circ\text{C}$, como es de esperar, implicando

$\Delta\lambda_p \approx 0$. A $T > 300$ °C la relación Q_{ap}/n_{ap} aumenta, indicando que el valor de λ_p aumenta gradualmente con la temperatura debido al progresivo engrosamiento de los precipitados.

Por tanto, los menores valores de n_{ap} observados no corresponden con un cambio de mecanismo de deformación sino al engrosamiento de los precipitados que fijan la subestructura a elevadas temperaturas. El hecho de que el tamaño de subgrano a elevadas temperaturas, observado por EBSD, es menor que el predicho por la Ecuación 1.8 confirma este mecanismo.

En resumen, es importante remarcar que incluso con los cambios microestructurales presentes durante los ensayos, el mecanismo de deformación que opera en el rango de temperaturas estudiado es el de movimiento de dislocaciones a subestructura constante, con un exponente de la tensión asociado $n=8$. Se ha de tener presente que este mecanismo presenta una dependencia al cubo con la distancia entre partículas ($\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}(\lambda_p^3)$). Por ello, pequeños cambios microestructurales, conllevando pequeñas variaciones en λ_p , producen un efecto considerable en los valores de n_{ap} y Q_{ap} .

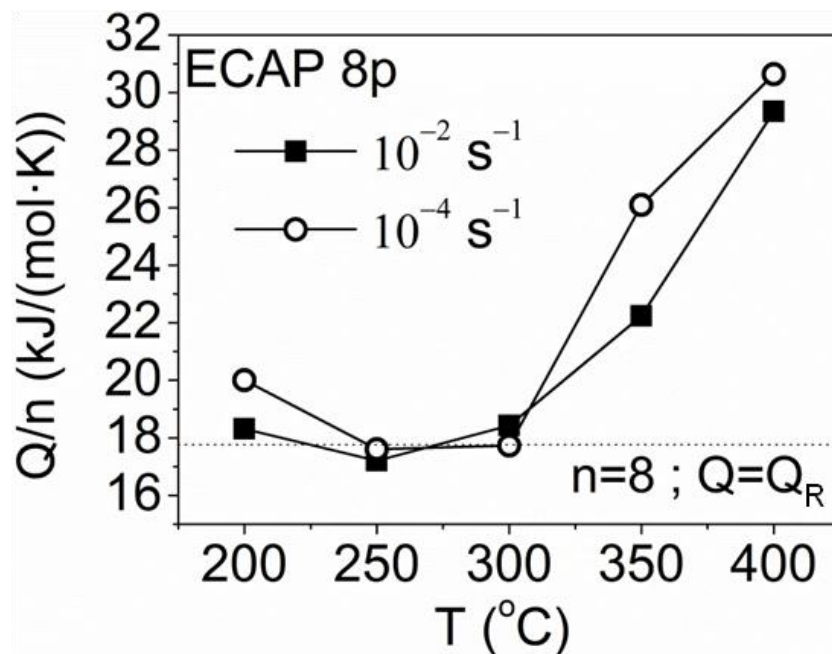


Figura 3.36. Representación de la relación experimental Q_{ap}/n_{ap} frente a T para el material 8p a 10^{-2} y 10^{-4} s^{-1} . La línea punteada representa el valor teórico de $Q/n = Q_R/8$ para el mecanismo de deformación por movimiento de dislocaciones a subestructura constante.

Por último, en resumen, desde el punto de vista tecnológico, la conformabilidad de esta aleación puede ser aumentada considerablemente especialmente después de procesar mediante FSP. Por el contrario, para obtener la máxima resistencia, incluso hasta temperaturas de ensayo de 300°C, basta con procesar por ECAP una sola pasada.

3.4. CONCLUSIONES DE LA ALEACIÓN Al-7%Si.

Se ha procesado la aleación hipoeutéctica de colada Al-7%Si mediante ECAP a temperatura ambiente utilizando una matriz de 90° siguiendo la ruta A y por FSP solapando cordones. Las muestras procesadas fueron caracterizadas microestructural y mecánicamente a varias temperaturas de ensayo para comparar el distinto desempeño de cada procesado, obteniéndose las siguientes conclusiones:

1. Ambos procesados consiguen eliminar la porosidad, redistribuir el microconstituyente eutéctico y romper las partículas de silicio presentes en la aleación de partida. La ruptura de partículas se produce de manera más eficaz en el procesado por ECAP al localizarse la aplicación de la tensión de procesado en el plano de intersección de ambos canales. Sin embargo, la redistribución del microconstituyente eutéctico es mucho mayor en el caso del procesado por FSP, debido a la mayor deformación impuesta ($\epsilon_{FSP} \sim 20-80$ vs. $\epsilon_{ECAP8p} \sim 9,2$).
2. El procesado por ECAP produce una disminución significativa del tamaño de grano, alcanzando valores ~ 210 nm tras 8 pasadas. La formación de este tamaño de grano tan fino se consigue gracias a la precipitación, inducida por la deformación durante el procesado, del silicio retenido en solución sólida sobresaturada durante la colada. La precipitación se produce en gran parte durante la primera pasada formando finos precipitados de ~ 50 nm que fijan un tamaño de (sub)grano ~ 250 nm, y se completa a lo largo de las siguientes pasadas.
3. En el procesado por FSP se alcanzan valores del tamaño de grano $\sim 1,2$ μ m. En este caso, el análisis de la microestructura reveló que los precipitados de silicio que fijan el tamaño de grano son mayores que en el caso de ECAP, alcanzando tamaños ~ 100 nm. Debido a la gran deformación impuesta y las elevadas temperaturas alcanzadas durante el procesado, se produce una precipitación prácticamente total de la solución sólida sobresaturada y un engrosamiento de los precipitados.

4. El análisis de la microtextura revela que durante el procesado por ECAP se observa una evolución a una textura de deformación por cizalla. El material 1p tan sólo muestra unas determinadas componentes, concretamente la B_1 $(1\bar{1}2)\langle 110 \rangle$ y su simétrica B_2 $(\bar{1}1\bar{2})\langle 110 \rangle$. Sin embargo, al procesar un número mayor de pasadas, hasta 8, se facilita la aparición de un mayor número de componentes, llegándose a observar prácticamente al completo toda la fibra B. Así mismo, la desorientación media para 1p es $\bar{\delta} \sim 5^\circ$, con una fracción de HABs $\sim 30\%$. Cuando se procesa hasta 8p $\bar{\delta} \sim 34^\circ$ y la fracción HABs aumenta hasta $\sim 74\%$ mostrándose cómo una mayor deformación proporciona un aumento de desorientación.
5. El procesado por FSP consigue una aleatorización de la microestructura de tal forma que tan sólo algunas componentes de textura cizalla y de recristalización pueden ser distinguidas en determinadas zonas. La desorientación media alcanza valores $\bar{\delta} \sim 36^\circ$ y una fracción de HABs 76%, propia de la gran deformación impuesta por este procesado.
6. Desde la primera pasada por ECAP se produce un aumento significativo de la resistencia de la aleación, especialmente a $T \leq 300^\circ\text{C}$. No obstante, para mejorar los valores de ductilidad se requiere de un mayor número de pasadas. De la misma forma, la tenacidad aumenta con el número de pasadas, llegando a multiplicar por 5 la tenacidad de la aleación de partida a 200°C cuando se procesa hasta 8p.
7. El procesado por FSP por su parte consigue una ligera mejora de la resistencia de la aleación y un aumento notable de la ductilidad. Los valores de tenacidad son similares a los obtenidos procesando 8 pasadas de ECAP.
8. Desde el punto de vista de mejora de la conformabilidad, el procesado por FSP presenta mayores ventajas que el procesado por ECAP. Pese a que ambos procesados consiguen tenacidades máximas del mismo orden, el procesado por FSP lo consigue disminuyendo la resistencia en pro de una mayor ductilidad.
9. Ambos procesados producen microestructuras de granos finos y desorientados. Sin embargo, en la consecución de los ensayos de tracción no se observaron descensos acusados de la tensión de fluencia, alargamientos extraordinariamente elevados, granos equiaxiales tras la deformación, ni exponentes de la tensión bajos. Por tanto, el mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano ($n=2$) no es el mecanismo operativo en el intervalo de temperaturas estudiado. Este hecho está relacionado

con otros aspectos microestructurales tales como el gran tamaño y forma angulosa de las partículas de silicio pertenecientes al microconstituyente eutéctico, así como la inestabilidad del (sub)grano frente al engrosamiento a alta temperatura, que impiden la activación del mecanismo de DFG.

10. El mecanismo de deformación a temperaturas intermedias y altas observado fue el de movimiento de dislocaciones a subestructura constante, caracterizado por tensiones de fluencia elevadas, alargamientos moderados, granos alargados en la dirección de tracción, exponentes de la tensión cercanos a 8 y la formación de una subestructura independiente de la tensión aplicada, determinada por la distancia entre partículas, λ_p .
11. El comportamiento mecánico de los materiales estudiados que deforman bajo el mecanismo de movimiento de dislocaciones a subestructura constante está influenciado por las variaciones en los valores de λ_p durante los ensayos de tracción. La temperatura y el tiempo favorecen la difusión del silicio en la matriz de aluminio, sobre todo a temperaturas por encima de 300 °C. Esto hace que en general el valor de λ_p aumente, disminuyendo los valores de tensión y de n_{ap} y aumentando los de Q_{ap} . Las expresiones analíticas deducidas en la discusión permiten predecir las variaciones $n=n(\lambda)$ y $Q=Q(\lambda)$ cuando opera dicho mecanismo.
12. La aleación hipoeutéctica Al-7%Si procesada por ECAP y FSP es resistente a elevada temperatura gracias a la operación del mecanismo de movimiento de dislocaciones a subestructura constante en el rango de temperaturas estudiado.

4. ALEACIÓN AL 7075

4. ALEACIÓN AL 7075

4.1. RESULTADOS DE LA ALEACIÓN AL 7075

4.1.1. Aspectos del procesado por FSP

Los parámetros para el procesado por FSP de la aleación Al 7075 utilizados en la presente investigación se han seleccionado con el objetivo de obtener la mayor severidad posible, llevando al límite de trabajo tanto la herramienta utilizada como a la aleación procesada. Una gran severidad de procesado conduce a un gran afino del tamaño de grano, generando importantes mejoras en la respuesta mecánica del material. La severidad en el procesado por FSP está inversamente relacionada con el aporte energético, en forma de calor por fricción que se introduce en el material durante el procesado. Es decir, una menor temperatura de procesado produce una mayor severidad. Para definir el aporte de calor se han utilizado dos parámetros, la energía lineal (EL) y el índice calorífico (IC), definidos en las Ecuaciones 4.1 y 4.2 [166]:

$$EL = \frac{\omega}{V} \quad [4.1]$$

$$IC \propto \frac{\omega^2}{V} \quad [4.2]$$

donde ω es la velocidad de rotación de la herramienta y V es la velocidad de avance de la misma. La Ecuación 4.2 deriva de la Ecuación 4.3, donde T es la temperatura que alcanza el material durante el procesado, T_m la temperatura de fusión del material y K y a son constantes que en aleaciones de aluminio toman valores en los rangos $K = 0,65-0,75$ y $a = 0,04-0,06$ [167, 168].

$$\frac{T}{T_m} = K \left(\frac{\omega^2}{V \cdot 10^4} \right)^a \quad [4.3]$$

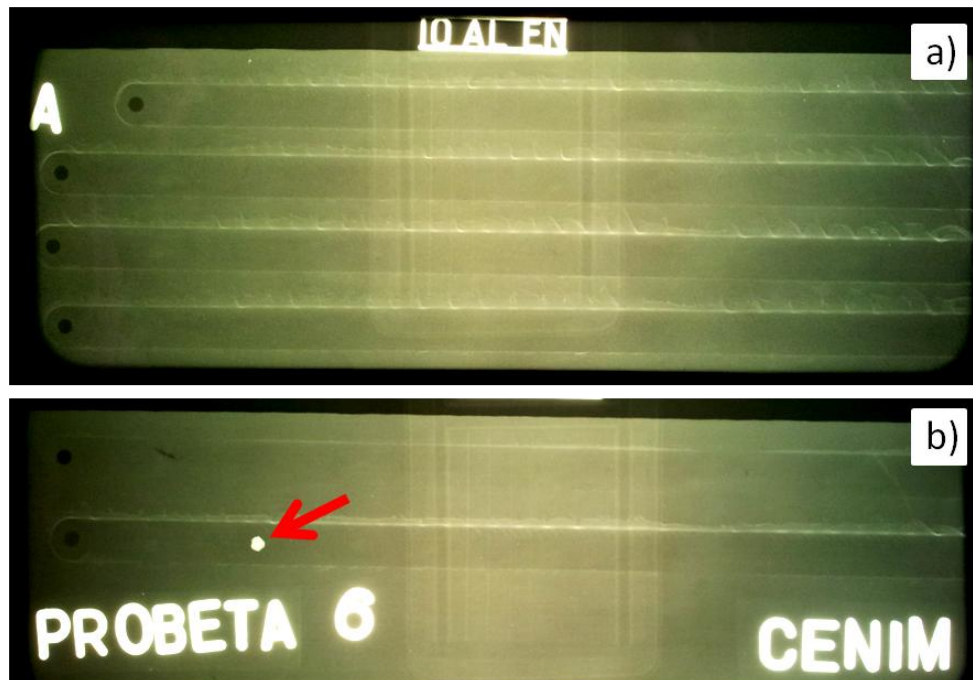
La Ecuación 4.3 es una expresión experimental que relaciona la temperatura alcanzada por el material en función de los parámetros de procesado. Debido a la relación directa que el IC tiene según la Ecuación 4.3 con la temperatura de procesado, el IC será el parámetro preferido en la presente investigación.

Teniendo en cuenta estas definiciones, en la Tabla 4.1 se muestran las condiciones de procesamiento utilizadas en la presente investigación junto con la nomenclatura empleada para denominar a cada una de ellas. Conviene recordar que cada condición de las expuestas en la Tabla 4.1 se realizó utilizando tanto un soporte convencional de acero, codificado como A, como sobre uno de cobre refrigerado con nitrógeno líquido, codificado como C. Así mismo, la aleación se procesó en los tres estados de precipitación descritos en el apartado 2.1.2 denominados 7075-T6 para la aleación recibida en el estado de máxima dureza, 7075-O para el estado sobreenviejado/recocido y 7075-S para el solubilizado. Por tanto, la notación completa propuesta para cada condición utilizada de aquí en adelante consiste en el código del soporte utilizado seguido de la denominación de las condiciones de procesamiento y el estado de precipitación de la aleación; así por ejemplo, los cordones obtenidos a 1000 rpm, 500 mm/min sobre el soporte refrigerado en 7075-T6 se denominarán como C10r05v-T6. Así mismo, si la letra inicial no aparece, la nomenclatura se refiere a ambos soportes. De la misma manera, si el estado de la aleación no aparece se hace referencia a los tres.

Además de estas condiciones, se intentó procesar la aleación a 500 rpm y 1000 mm/min (5r10v), lo que implica valores de $EL=0,5$ r/mm y de $IC=250$ rpm²/(mm/min). Estas condiciones fueron extremadamente exigentes con la herramienta y como consecuencia se produjo su rotura en todas las pruebas. De la misma manera, la condición C07r10v-T6 tampoco pudo ser procesada. En la Figura 4.1 se muestran dos radiografías obtenidas de cordones procesados por FSP. En la Figura 4.1 a se muestra una chapa donde se han realizado cuatro cordones en las condiciones C07r10v-O. Se puede observar cómo los cordones no presentan defectos internos, mientras que en el cordón mostrado en la Figura 4.1 b, procesado en la condición A05r10v-O, la herramienta rompió durante la realización del cordón dejando en el interior una parte del punzón (señalado con una flecha roja). Esta situación se produjo de manera sistemática siempre que se intentó procesar mediante la condición 05r10v, por lo que el límite inferior de procesabilidad se situó en la condición 07r10v (con excepción de C07r10v-T6 que tampoco pudo ser procesada).

Tabla 4.1. Parámetros de procesamiento por FSP utilizados en la aleación 7075.

ω (rpm)	V (mm/min)	EL (r/mm)	IC (rpm ² /(mm/min))	Nomenclatura
1400	500	2,8	3920	14r05v
1000	500	2	2000	10r05v
1000	1000	1	1000	10r10v
700	1000	0,7	490	07r10v

**Figura 4.1.** Radiografías de cordones procesados en las condiciones a) C07r10v-T6 y b) A05r10v-O.

Además de determinar el aporte calorífico al material durante el procesamiento, las condiciones de procesamiento determinan el acabado superficial de los cordones. Las distintas combinaciones de ω y V determinan el espaciado entre bandas o *pitch*, (P). En la Figura 4.2 se muestra un esquema del espaciado entre bandas. El valor de P se determina según la relación mostrada en la Ecuación 4.4:

$$P = \frac{1}{EL} = \frac{V}{\omega} \quad [4.4]$$

Por su parte, en la Tabla 4.2 se muestran los valores de espaciado teórico y el observado experimentalmente (P_{ap}), obtenidos a partir de al menos 40 medidas para cada condición estudiada. En la Figura 4.3 se muestra el acabado superficial de los cordones en cada una de las condiciones de procesamiento en la aleación 7075-O. Se

observa cómo el espaciado entre bandas es menor cuanto mayor es el IC, ya que la herramienta realiza un mayor número de vueltas por distancia recorrida.

Adicionalmente, se observa que la utilización del soporte refrigerado produce una mayor cantidad de rebaba, sobre todo en las condiciones de menor IC.

Tabla 4.2. Espaciado entre bandas teórico (P) y aparente (P_{ap}) a partir de los parámetros de procesado por FSP utilizados en la aleación 7075.

Condición	ω (rpm)	V (mm/min)	P (mm)	P_{ap} (mm)
14r05v	1400	500	0,36	0,37
10r05v	1000	500	0,5	0,52
10r10v	1000	1000	1	0,98
07r10v	700	1000	1,43	1,42

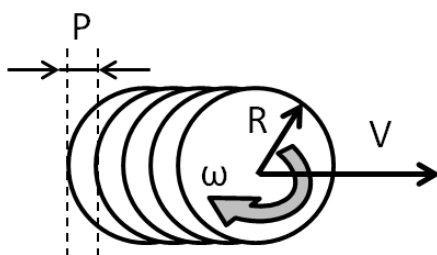


Figura 4.2. Esquema para la determinación del espaciado entre bandas o pitch en cordones procesados por FSP.

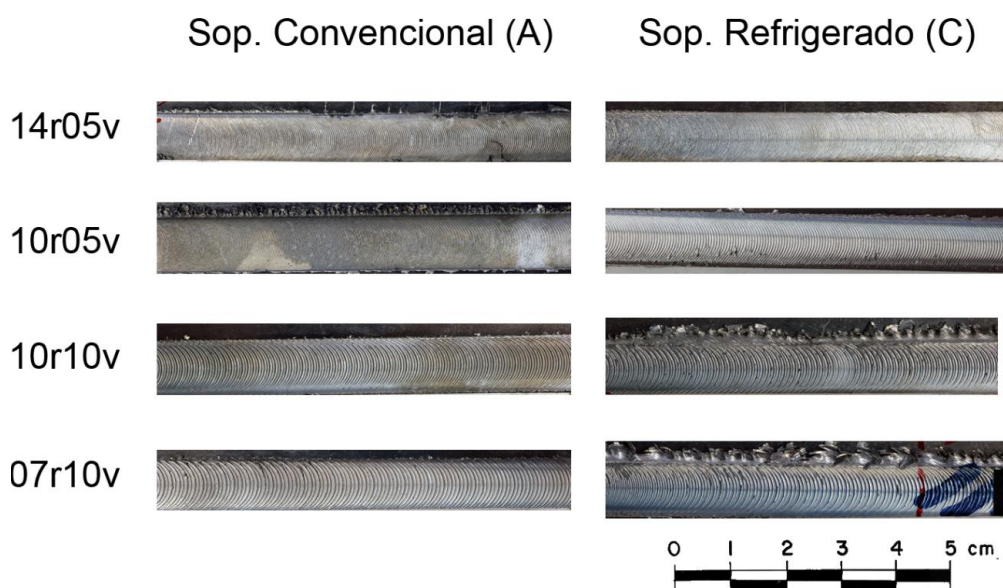


Figura 4.3. Aspecto superficial del procesado por FSP en chapas de 7075-O utilizando las cuatro condiciones de procesamiento propuestas sobre los dos tipos de soporte estudiados.

4.1.2. Microestructura

4.1.2.1. Microestructura de los materiales de partida

La microestructura del material de partida fue examinada mediante microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de transmisión (MET). En la Figura 4.4 se muestran las micrografías MO en el plano DT-DL para los tres estados de precipitación iniciales. En estas micrografías se observan granos alargados en DL y muy aplastados en DT, con tamaños de $\sim 60\text{-}100\ \mu\text{m}$ en su eje mayor (alineado con DL) y de $\sim 10\ \mu\text{m}$ en su eje menor (perpendicular a DL). Así mismo se observa la presencia de partículas de morfología irregular de tamaño $5\text{-}20\ \mu\text{m}$, denominadas partículas constituyentes, con una composición rica en Si y Fe.

En la Figura 4.5 se muestran micrografías MET mostrando la presencia de un segundo tipo de partículas de morfología variable, con un tamaño aproximado de $100\text{-}200\ \text{nm}$. Estas partículas son los denominados dispersoides, compuestos principalmente de la fase $\text{Al}_{18}\text{Mg}_3\text{Cr}_2$ con presencia de Cu, Zn y Mg en posiciones sustitucionales [169]. En función del estado de precipitación de la aleación se observa una mayor o menor concentración en esta fase. Así el estado T6 presenta la mayor concentración, mientras que en el estado S la gran fracción de elementos en solución sólida hace que la presencia de dispersoides sea mucho menor. Por su parte, el estado 7075-O presenta una concentración de dispersoides algo menor que la del estado 7075-T6 pero estos son de mayor tamaño. El tratamiento de sobre-envejecido empleado en el estado 7075-O fomenta el crecimiento de los dispersoides de más tamaño a costa de los más pequeños.

Por último, en la Figura 4.6 se muestran los finos precipitados endurecedores en el estado 7075-T6 de partida. Estos precipitados provienen de la precipitación de la solución sólida mediante el tratamiento de envejecimiento artificial T6 y son los responsables de la alta resistencia y dureza de la aleación en este estado.

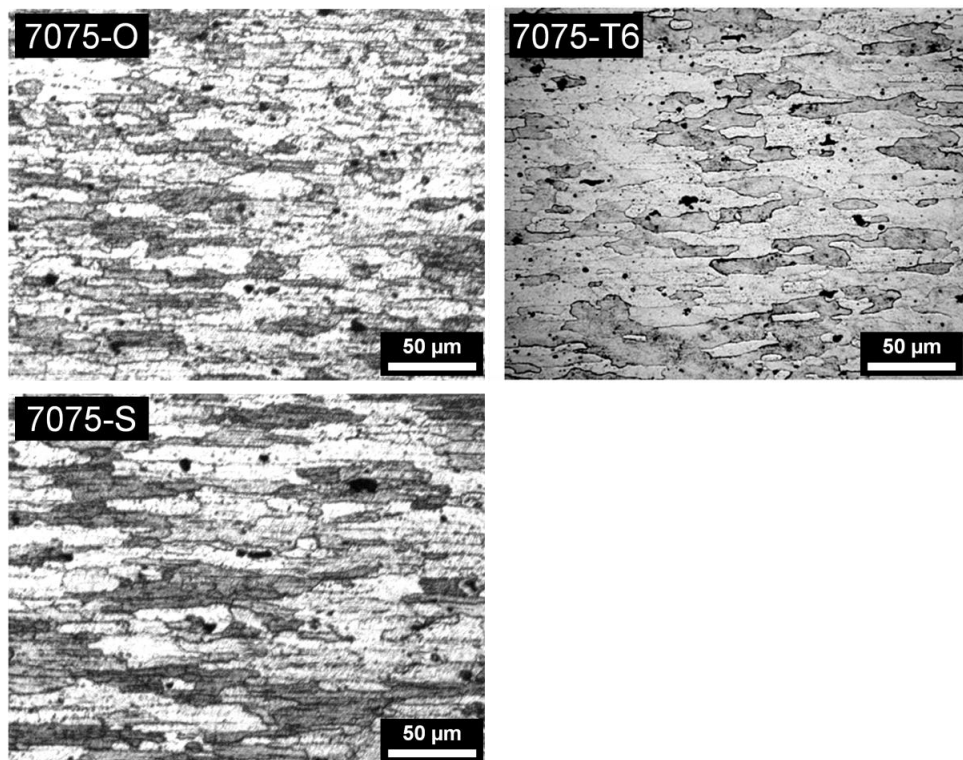


Figura 4.4. Micrografías MO de la aleación Al 7075 en los tres estados de precipitación de partida mostrando el tamaño de grano inicial y las partículas constituyentes.

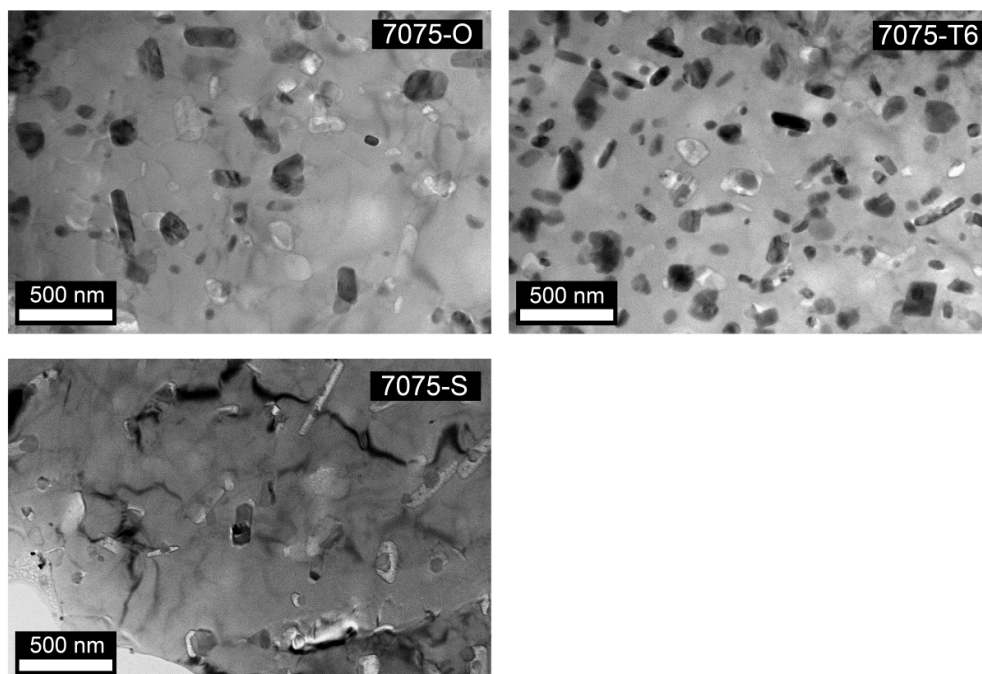


Figura 4.5. Micrografías TEM de la aleación Al 7075 en los tres estados de precipitación de partida mostrando las diferencias en la concentración de dispersoides.

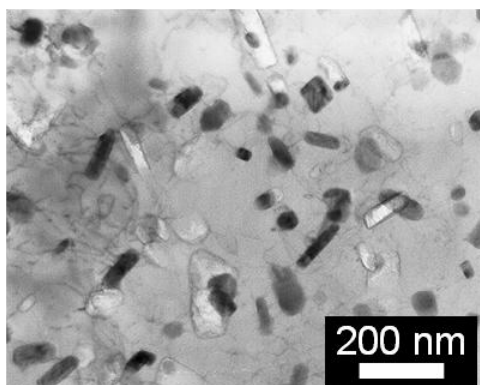


Figura 4.6. Micrografía TEM de la aleación 7075-T6 mostrando los finos precipitados endurecedores.

4.1.2.2. Microestructura del material procesado por FSP

El material procesado por FSP fue examinado utilizando distintas técnicas para la determinación de tamaños de grano, estado de los precipitados, desorientación y textura. Como se describirá en los siguientes apartados, el gran afino de grano producido durante el procesado, sobre todo en las condiciones más severas, requiere de técnicas de gran resolución para la observación de la microestructura, tales como la microscopía electrónica de transmisión o la técnica ACOM-MET.

4.1.2.2.1. Microscopía óptica

Tras el procesado en las distintas condiciones se realizaron cortes transversales en los distintos cordones con el objetivo de observar posibles defectos. En la Figura 4.7 se muestra un ejemplo de corte transversal correspondiente a un cordón procesado en la condición A10r05v-T6. La probeta fue atacada con reactivo Barker para revelar las fronteras de grano. En la zona procesada el tamaño de estos granos no pudo ser revelado utilizando microscopía debido a su pequeño tamaño. Se han resaltado en la imagen las diferentes zonas generadas en el procesado. En rojo se muestra la zona batida o *Stir Zone* (SZ) afectada directamente por el paso de la herramienta y región de interés para la presente investigación. En naranja se muestra la zona termomecánicamente afectada o *Thermomechanically Affected Zone* (TMAZ), donde la herramienta no llega a deformar directamente el material, pero donde el calor y la deformación adyacente sí que inducen modificaciones microestructurales. Por último se ha señalado la zona afectada térmicamente o *Heat Affected Zone* (HAZ) afectada únicamente por el calor generado en el procesado.

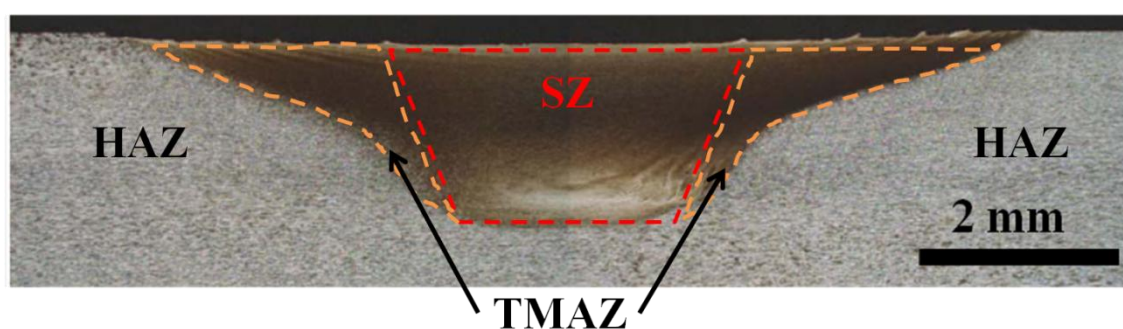


Figura 4.7. Corte transversal de un cordón procesado por FSP en la condición A10r05v-T6.

4.1.2.2.2. Microscopía electrónica de transmisión

En las Figuras 4.8, 4.9 y 4.10 se muestran micrografías MET en la zona batida (SZ), en las distintas condiciones de procesamiento por FSP, en las aleaciones 7075-O, 7075-T6 y 7075-S, respectivamente. Se observa en todos los casos como al disminuir los valores de IC (Tabla 4.1) el tamaño de grano disminuye. Así mismo, a igualdad de IC los cordones procesados sobre el soporte refrigerado poseen menores tamaños de grano que en el caso de procesar sobre el soporte convencional. Cuando el material se procesa sobre el soporte convencional se generan granos con fronteras bien definidas, que indican una gran desorientación entre granos contiguos. Por el contrario, procesar sobre el soporte refrigerado, sobre todo en las condiciones con menores IC (C10r10v y C07r10v), produce fronteras ligeramente más difusas, indicando una menor desorientación media que en el caso del procesamiento sobre el soporte convencional. Los aspectos relativos a tamaño de grano y su desorientación son de fundamental importancia para la obtención de superplasticidad a alta velocidad de deformación y bajas temperaturas. Por ello, se ha realizado un detallado análisis empleando técnicas de imágenes de orientaciones (Orientation Imaging Microscopy, OIM) que se muestra más adelante.

Así mismo, en las Figuras 4.8-10 se observa la presencia de precipitados de morfología variable, con tamaños en torno a 100-200 nm distribuidos homogéneamente en todo el volumen de las probetas. Estos precipitados corresponderían a las fases denominadas dispersoides. Por su parte, en la Figura 4.11 a mayores aumentos, se muestran micrografías MET de la zona batida para las condiciones A10r05v-O,

A07r10v-S y A10r10v-T6. Se observa la presencia de otros precipitados con un tamaño máximo de 50 nm, señalados con flechas, que corresponden a las fases endurecedoras.

Atendiendo a las dislocaciones, en la Figura 4.12 se muestran dos micrografías MET de la zona batida para la condición A10r05v-T6 y C07r10v-O respectivamente. Es interesante señalar cómo su presencia es evidente en la condición A10r05v-T6 (Figura 4.12 a), de alto IC, mientras que en la condición C07r10v-O, la de menor IC, los granos están libres de dislocaciones. Las microestructuras que presentan grano fino y ausencia de dislocaciones son representativas de las condiciones de procesado con menor IC y soporte refrigerado. Por su parte, las condiciones de mayor IC y soporte convencional presentan microestructuras con dislocaciones, que como se observa en la Figura 4.12 a interaccionan con los precipitados presentes. Así mismo, tal como se observa en las Figuras 4.8-10 en las condiciones A14r05v y A10r05v, las dislocaciones tienden a agruparse para formar subgranos. Estas observaciones serán importantes a la hora de determinar la operación de procesos de restauración y/o recristalización, que permitirán establecer los parámetros óptimos de procesado para la obtención de un grano fino y desorientado, como se verá en discusión.

Las micrografías MET muestran la microestructura de la aleación Al 7075 procesada por FSP que está compuesta por (sub)granos ultrafinos cuyo tamaño se encuentra por debajo de 1 μm . En las Figuras 4.13 y 4.14 se muestran los histogramas de distribución para el diámetro de Feret (D_F), obtenidos mediante análisis de imagen de micrografías MET, tomando un mínimo de 400 granos por condición. Se observa que las distribuciones de D_F en ambas figuras pueden ajustarse a distribuciones lognormales. En el caso de la Figura 4.13, se muestran los histogramas para una misma condición de procesado, concretamente 10r10v, equivalente a un $\text{IC} = 1000 \text{ rpm}^2/(\text{mm}/\text{min})$, utilizando ambos soportes para cada estado de la aleación. Se observa cómo, para cada tipo de soporte, las distribuciones son similares independientemente del estado inicial de la aleación. Por su parte, en la Figura 4.14, se muestran los histogramas para la aleación en estado recocido procesada en las distintas condiciones de procesado y utilizando ambos soportes. En este caso se observa que, para cada tipo de soporte, al disminuir el valor de IC las distribuciones de D_F poseen una menor dispersión y se desplazan hacia menores valores. Este cambio es especialmente acusado en el caso de la condición 07r10v-O.

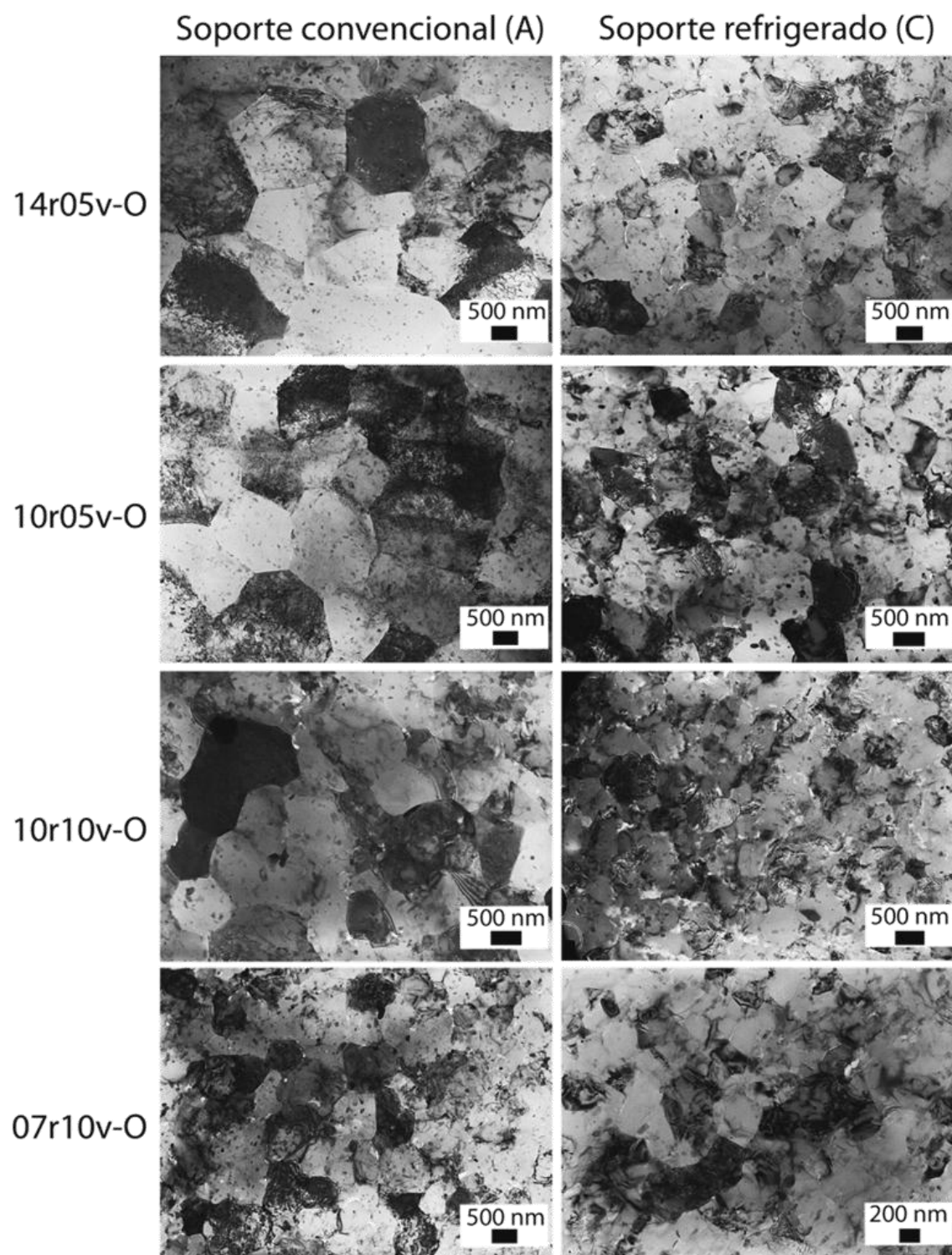


Figura 4.8. Micrografías MET mostrando la microestructura en la zona batida de la aleación 7075-O procesada por FSP. (IC en orden decreciente de arriba abajo, ver Tabla 4.1).

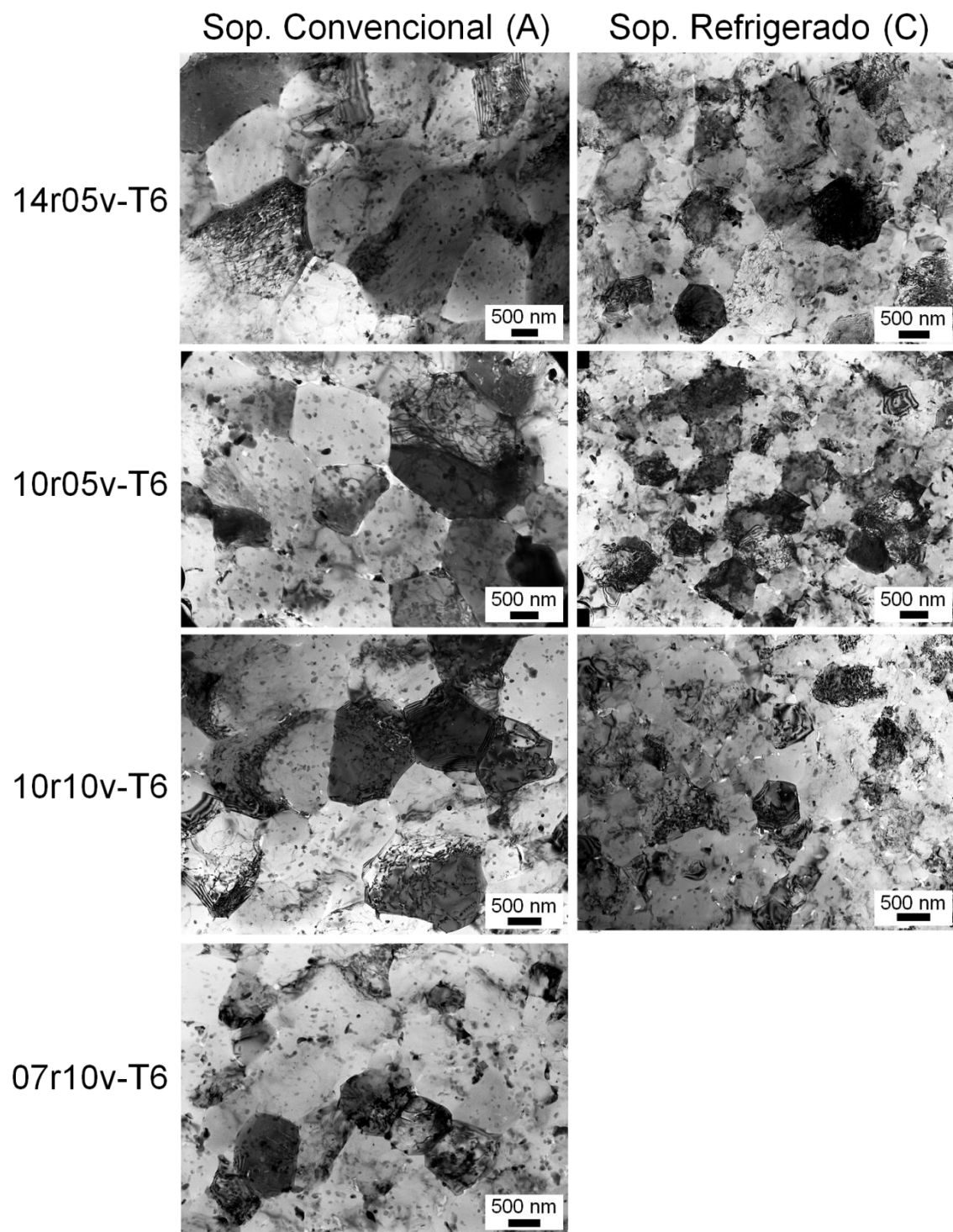


Figura 4.9. Micrografías MET mostrando la microestructura en la zona batida de la aleación 7075-T6 procesada por FSP.

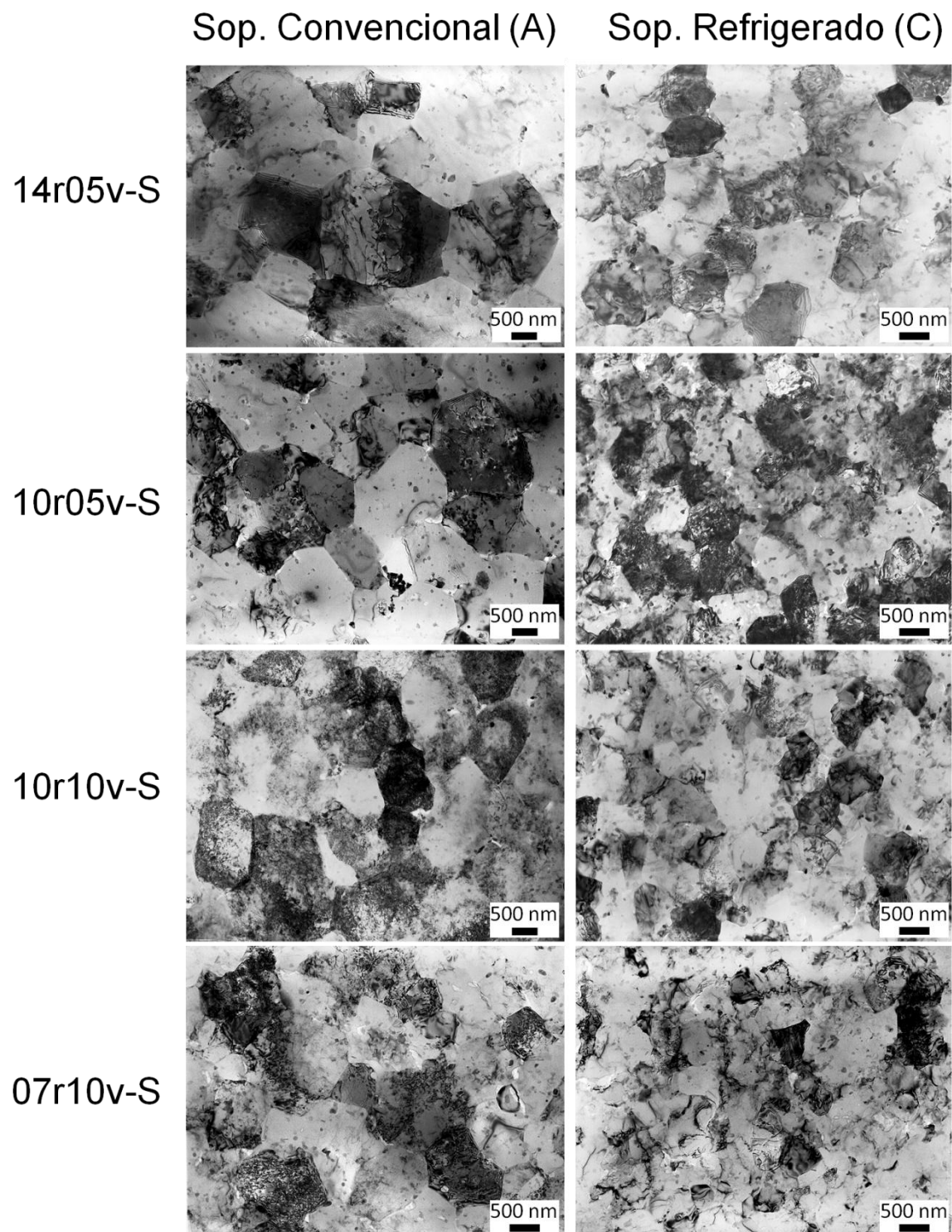


Figura 4.10. Micrografías MET mostrando la microestructura en la zona batida de la aleación 7075-S procesada por FSP.

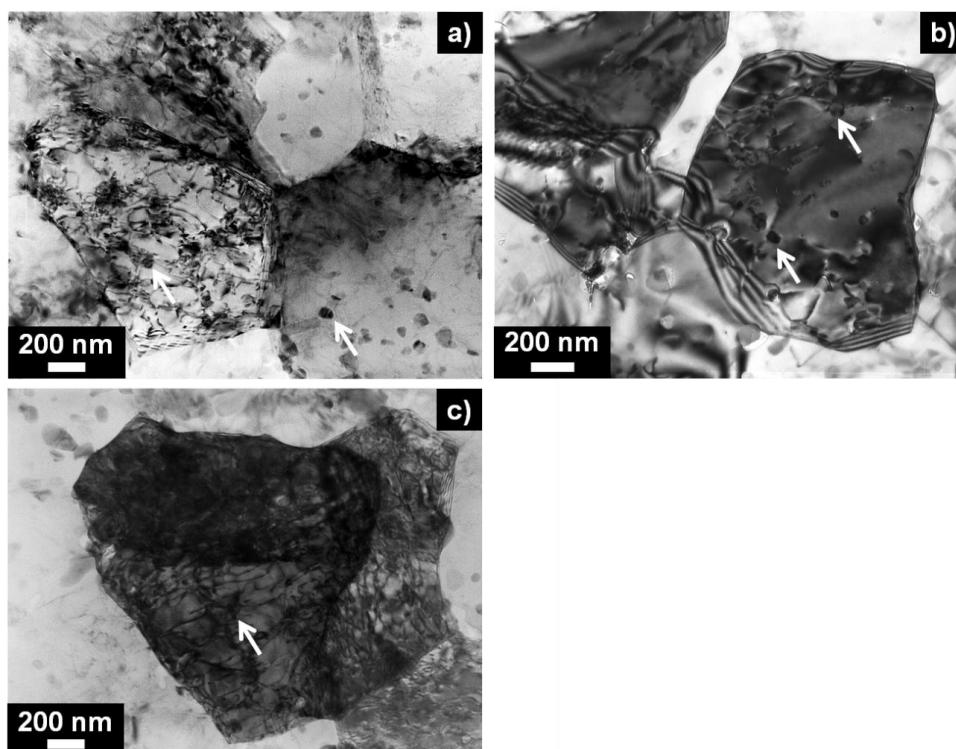


Figura 4.11. Micrografías MET de la zona batida tras el procesado por FSP mostrando precipitados de tamaño menor a 50 nm (señalados con flechas) en el interior de granos para las condiciones a) A10r05v-O, b) A07r10v-S y c) A10r10v-T6.

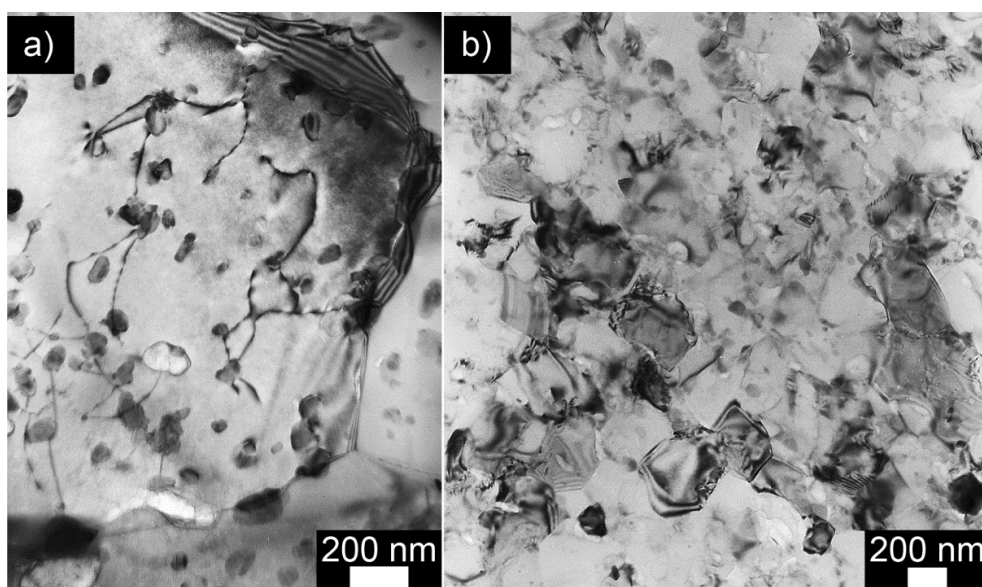


Figura 4.12. Micrografías MET de la zona batida tras el procesado por FSP mostrando a) precipitados en el interior y las fronteras de granos, así como su interacción con dislocaciones para la condición A10r05v-T6 y b) granos cuyo interior se encuentra libre de dislocaciones en la condición C07r10v-O.

Así mismo, en las Figuras 4.15 y 4.16 se muestran los histogramas de distribución para la relación de aspecto (RA), obtenidos mediante análisis de imagen de micrografías MET. En ambas figuras se observa como los histogramas pueden ajustarse a una distribución normal. Además, tanto en la Figura 4.15 como en la 4.16, en todos los casos la distribución se encuentra centrada en torno a 0,7 con dispersiones similares.

En la Tabla 4.3 se muestran los valores de eje menor (d), eje mayor (D), diámetro de Feret (D_F) y relación de aspecto (RA) extraídos del análisis de imagen. El valor de la relación de aspecto corresponde al cociente entre d y D. En el caso de los valores de d, D y D_F los histogramas obtenidos se ajustan a distribuciones lognormales, por lo que el valor proporcionado es la media geométrica (μ_g), junto con el intervalo de confianza correspondiente, definido como $\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g$. Por otro lado, en el caso de RA los histogramas se ajustan a una distribución normal, siendo el valor proporcionado el de la media aritmética (μ_a), acompañado del intervalo de confianza correspondiente, definido como $\pm\sigma_a$. En los datos mostrados en la Tabla 4.3 se observa como para cada estado de precipitación de partida de la aleación, procesando sobre el mismo tipo de soporte, los valores de d, D y D_F disminuyen al disminuir el IC. Por su parte, para un determinado estado térmico y un IC determinado, el procesar sobre el soporte refrigerado conduce a un menor tamaño de grano que en caso de procesar sobre el soporte convencional. Así mismo, cabe destacar como en las condiciones más enérgicas, donde se procesa con IC elevados y sobre el soporte convencional, los valores de d, D y D_F presentan una mayor dispersión al comparar los distintos estados de precipitación de partida que en el caso de las condiciones de procesado de bajo IC o utilizando el soporte refrigerado. Este hecho apunta a que el estado de precipitación de partida prácticamente no tiene influencia sobre el tamaño de grano obtenido al procesar en las condiciones más frías, sino que los parámetros más influyentes son las condiciones de procesado y el soporte utilizado.

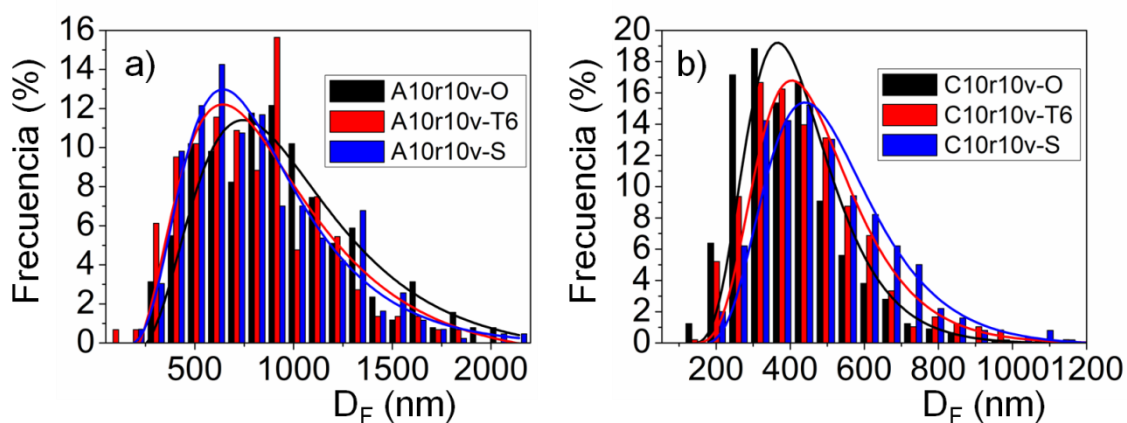


Figura 4.13. Histogramas de medidas del diámetro de Feret (D_F) obtenidos a partir del análisis de imagen de micrografías MET en los procesados a) A10r10v-O, A10r10v-T6 y A10r10v-S y b) C10r10v-O, C10r10v-T6 y C10r10v-S.

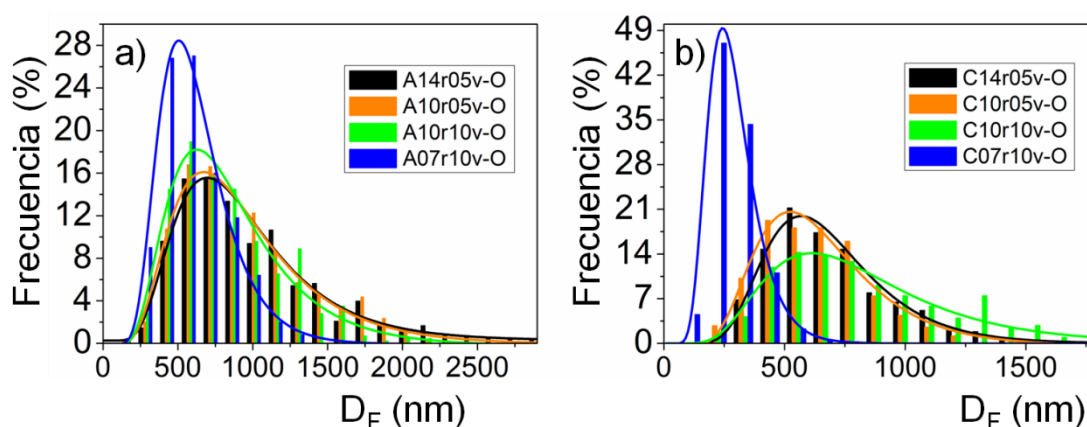


Figura 4.14. Histogramas de medidas del diámetro de Feret (D_F) obtenidos a partir del análisis de imagen de micrografías MET en los procesados a) A14r05v-O, A10r05v-O, A10r10v-O y A07r10v-O y b) C14r05v-O, C10r05v-O, C10r10v-O y C07r10v-O.

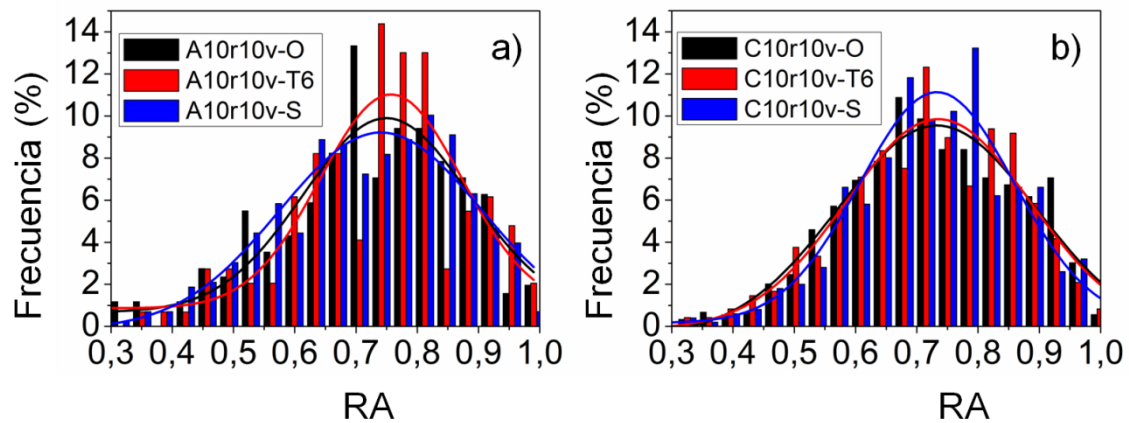


Figura 4.15. Histogramas de medidas de la relación de aspecto (RA) obtenidos a partir del análisis de imagen de micrografías MET en los procesados a) A10r10v-O, A10r10v-T6 y A10r10v-S y b) C10r10v-O, C10r10v-T6 y C10r10v-S.

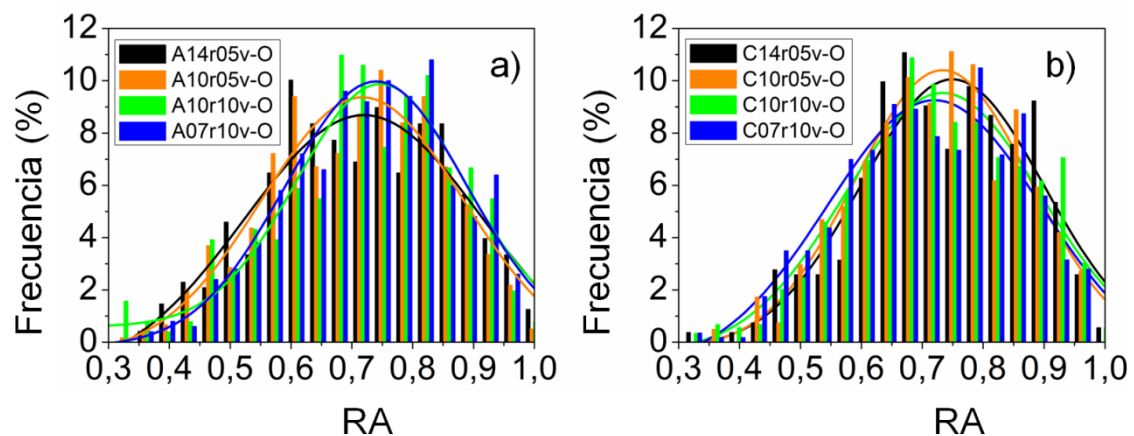


Figura 4.16. Histogramas de medidas de la relación de aspecto (RA) obtenidos a partir del análisis de imagen de micrografías MET en los procesados a) A14r05v-O, A10r05v-O, A10r10v-O y A07r10v-O y b) C14r05v-O, C10r05v-O, C10r10v-O y C07r10v-O.

Tabla 4.3. Valores de eje menor (d), eje mayor (D), diámetro de Feret (D_F) y relación de aspecto (RA) extraídos del análisis de imagen. Los valores de d, D y D_F corresponden a la media geométrica μ_g junto con el intervalo de confianza correspondiente a una distribución lognormal ($\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g$). El valor de RA mostrado es la media aritmética (μ_a) acompañado de el intervalo de confianza correspondiente ($\pm\sigma_a$).

Condición de procesado	d (nm)		D (nm)		D_F (nm)		RA	
	μ_g	$\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g$	μ_g	$\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g$	μ_g	$\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g$	μ_a	$\pm\sigma_a$
A14r05v-O	730,43	424-1259	1078,02	659-1764	815,87	488-1364	0,69	$\pm 0,14$
A10r05v-O	681,53	404-1149	1013,26	624-1644	766,87	465-1265	0,69	$\pm 0,14$
A10r10v-O	699,28	431-1133	1018,14	657-1578	782,07	497-1230	0,70	$\pm 0,14$
A07r10v-O	452,58	290-707	649,42	437-965	503,57	332-764	0,71	$\pm 0,13$
C14r05v-O	538,12	352-822	762,34	525-1106	591,91	400-875	0,72	$\pm 0,13$
C10r05v-O	469,58	306-720	685,66	467-1006	522,54	349-782	0,71	$\pm 0,10$
C10r10v-O	305,93	203-460	441,10	307-634	340,36	234-495	0,71	$\pm 0,14$
C07r10v-O	192,10	125-296	275,95	181-421	213,56	141-323	0,69	$\pm 0,15$
A14r05v-T6	945,37	543-1645	1416,11	819-2449	1064,69	616-1839	0,68	$\pm 0,13$
A10r05v-T6	861,50	448-1655	1393,29	959-2026	1013,60	639-1608	0,68	$\pm 0,11$
A10r10v-T6	593,23	326-1079	838,11	476-1476	651,15	364-1166	0,72	$\pm 0,14$
A07r10v-T6	474,52	298-756	697,48	465-1045	532,79	348-816	0,69	$\pm 0,14$
C14r05v-T6	604,83	427-855	848,27	608-1183	663,35	475-927	0,72	$\pm 0,13$
C10r05v-T6	481,36	333-696	689,90	491-969	529,03	372-751	0,70	$\pm 0,09$
C10r10v-T6	342,83	225-521	497,01	344-718	383,56	261-562	0,70	$\pm 0,14$
A14r05v-S	980,65	612-1572	1434,99	946-2177	1088,42	700-1690	0,69	$\pm 0,13$
A10r05v-S	777,09	476-1268	1117,54	743-1682	856,77	552-1329	0,71	$\pm 0,14$
A10r10v-S	624,09	373-1043	910,69	583-1422	693,75	432-1115	0,70	$\pm 0,14$
A07r10v-S	611,92	404-926	825,10	564-1206	658,88	444-977	0,75	$\pm 0,12$
C14r05v-S	636,36	420-963	896,85	619-1299	698,36	473-1032	0,72	$\pm 0,13$
C10r05v-S	455,38	319-650	655,35	468-918	501,78	356-708	0,70	$\pm 0,13$
C10r10v-S	387,36	262-573	556,33	389-795	427,45	296-617	0,71	$\pm 0,13$
C07r10v-S	348,86	244-499	491,71	352-686	384,32	274-539	0,72	$\pm 0,13$

4.1.2.2.3. Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

En la Figura 4.17 se muestran los mapas de orientaciones cristalográficas (OIM) obtenidos por EBSD en el plano XY en la zona central de la SZ en las condiciones de procesado A14r05v-O (a), C14r05v-O (b), A10r05v-O (c) y C10r05v-O (d). Los mapas se encuentran codificados según la orientación de los ejes cristalográficos de la celda CCC del aluminio con respecto al eje Z de referencia en el procesado por FSP (Figura capítulo1). Los mapas de la Figura 4.17 muestran que, procesando sobre el mismo tipo de soporte, al disminuir los valores de IC el tamaño de grano disminuye, tal como se observa al comparar la Figura 4.17 a con la 4.17 c o la 4.17 b con la 4.17 d. Así mismo, a igualdad de IC los cordones procesados sobre el soporte refrigerado producen menores tamaños de grano que en el caso de procesar sobre el soporte convencional. Este hecho es evidente al comparar la Figura 4.17 a con la 4.17 b o la 4.17 c con la 4.17 d. Se observa que en todos los casos los mapas presentan una gran variedad cromática, con una gran presencia de HABs, que indica que nos encontramos ante microestructuras con una elevada desorientación, lo cual era de esperar con las grandes deformaciones impuestas en el procesado por FSP.

Las figuras de polos $\{111\}$ para las condiciones de procesado analizadas por EBSD se muestran en la Figura 4.18. A igualdad de soporte utilizado, se observa como las condiciones con mayor IC (14r05v) (Figura 4.18 a y b), que muestran baja intensidad (nótese la escala), generan una mayor aleatorización que aquellas condiciones con menor IC (10r05v) (Figura 4.18 c y d). Así mismo, a igualdad de IC el soporte convencional (Figura 4.18 a y c) produce mayor aleatorización que en el caso de procesar sobre el soporte refrigerado (Figura 4.18 b y d). Por tanto, el procesado con menor aporte (C10r05v-O) produce un material con una textura ligeramente más intensa en determinadas componentes de cizalla, concretamente la componente $\{\bar{1}1\bar{2}\}[110]$ de la fibra B, mientras que los procesados con mayor aporte energético (A14r04v-O) producen una mayor aleatorización del material.

En la Figura 4.19 se muestran los histogramas de desorientación y la desorientación media de las condiciones estudiadas por EBSD. El procesado sobre el soporte refrigerado prácticamente consigue la misma desorientación media con ambos IC. A igualdad de IC, en el soporte convencional (Figura 4.19 a y c), con una velocidad

de enfriamiento menor, se obtiene una mayor desorientación media que en el caso de procesar sobre el soporte refrigerado. Además, con el IC más alto sobre el soporte convencional la distribución de desorientaciones se aproxima a la distribución de Mackenzie, correspondiente a una distribución al azar en un sistema cúbico cristalino [145]. Este aumento de la desorientación media está en línea con la mayor aleatorización observada en las figuras de polos (Figura 4.18 a y c).

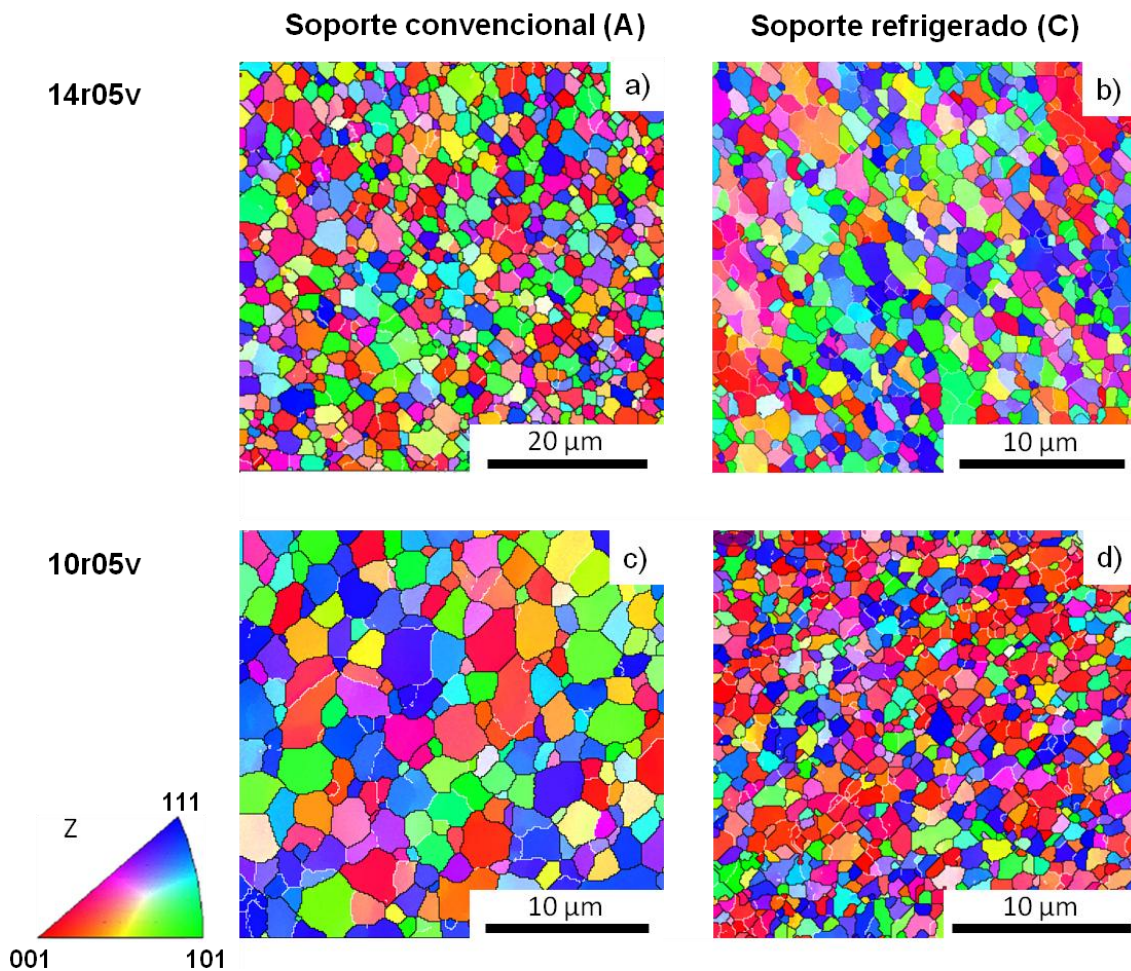


Figura 4.17. Mapas de orientaciones cristalográficas (OIM) obtenidos mediante EBSD para los procesados: a) A14r05v-O, b) C14r05v-O, c) A10r05v-O y d) C10r05v-O.

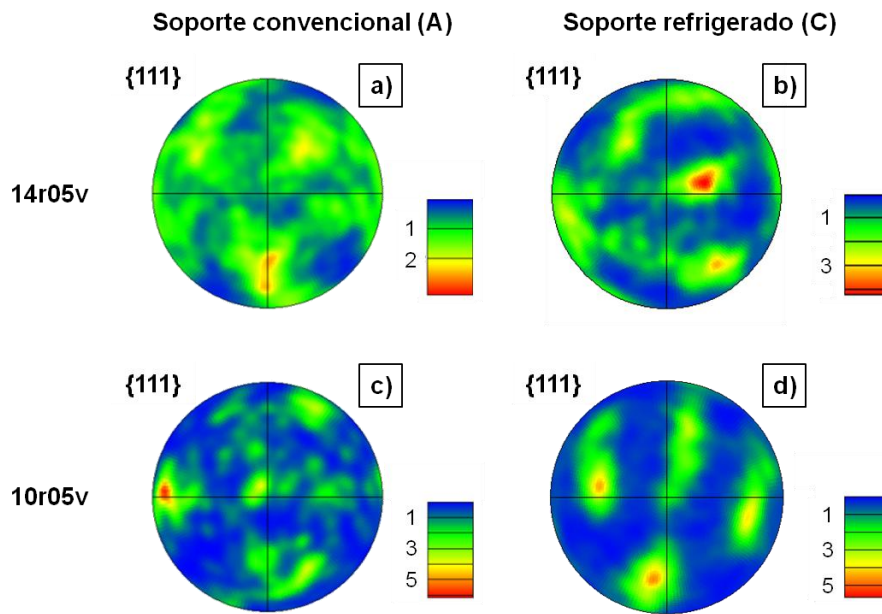


Figura 4.18. Figuras de polos $\{111\}$ obtenidas de los mapas EBSD para los procesados: a) A14r05v-O, b) C14r05v-O, c) A10r05v-O y d) C10r05v-O.

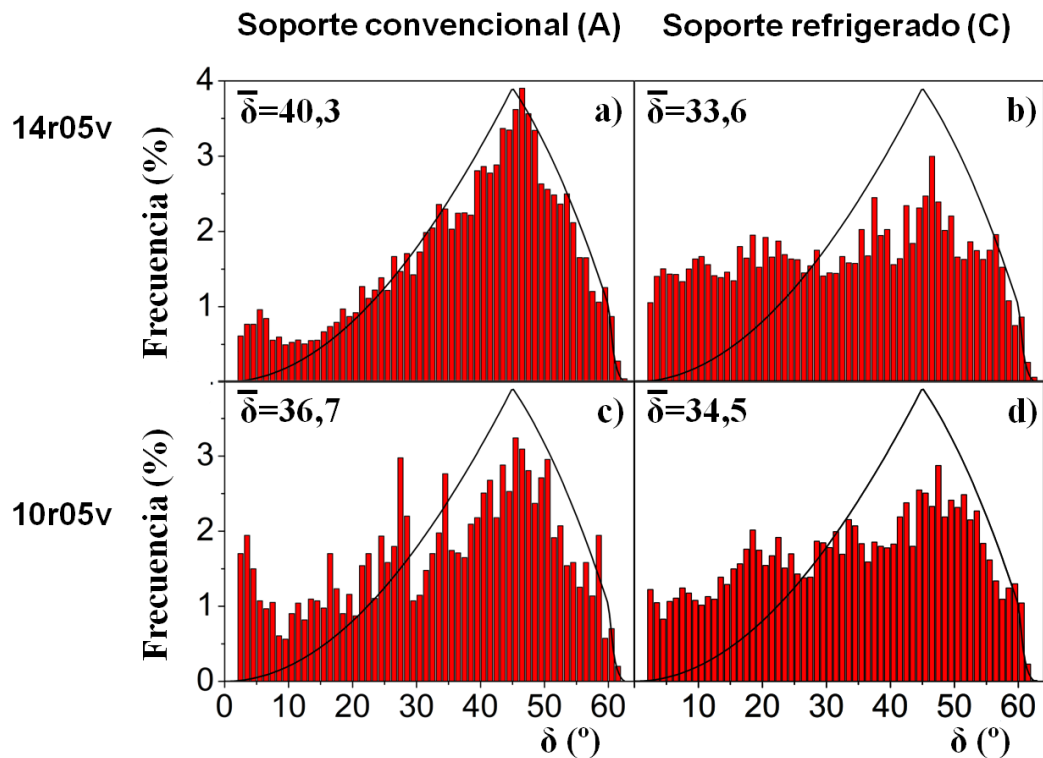


Figura 4.19. Histogramas de desorientación obtenidos de los mapas EBSD para los procesados: a) A14r05v-O, b) C14r05v-O, c) A10r05v-O y d) C10r05v-O. La línea negra representa la distribución Mackenzie, correspondiente a una distribución al azar en un sistema cúbico cristalino [145].

4.1.2.2.4. Técnica ACOM-MET

En la Figura 4.20 se muestran los mapas de orientaciones cristalográficas (OIM) obtenidos mediante la técnica ACOM-MET en el plano XY en la zona central de la SZ en las condiciones de procesamiento A14r05v-O (a), C14r05v-O (b), A10r05v-O (c) y C10r05v-O (d), A10r10v-O (e), C10r10v-O (f), A07r10v-O (g), C07r10v-O (h). Los mapas se encuentran codificados según la orientación de los ejes cristalográficos de la celda CCC del aluminio con respecto al eje Z de referencia en el procesamiento por FSP (Figura capítulo 1). Al igual que lo observado en los mapas obtenidos por EBSD, los mapas de la Figura 4.20 muestran que, procesando sobre el mismo tipo de soporte, al disminuir los valores de IC el tamaño de grano disminuye, tal como se observa al comparar la Figura 4.20 a, c, e y g o la 4.20 b, d, f y h. Así mismo, a igualdad de IC los cordones procesados sobre el soporte refrigerado producen menores tamaños de grano que en el caso de procesar sobre el soporte convencional. Por ejemplo, este hecho es evidente al comparar la Figura 4.20 a con la 4.20 b o la 4.20 g con la 4.20 h. En la Tabla 4.4 se muestran los valores de tamaño de grano expresados como diámetro de Feret (D_F) y su relación de aspecto (RA) obtenidos mediante la técnica ACOM-MET junto al intervalo de confianza correspondiente para cada una de las condiciones de procesamiento estudiadas. Los valores observados siguen la tendencia observada en la Figura 4.20 en cuanto a tamaño de grano. Los intervalos de confianza de D_F tienden a ser más estrechos al disminuir el valor del IC, disminuyendo la dispersión de la distribución. Por su parte, la RA toma valores entre 0,63-0,69, similar a los valores observados en el estudio por MET (Tabla 4.3)

En todas las condiciones se puede observar una gran variedad cromática en los mapas, con una gran presencia de HABs, indicativo de microestructuras altamente desorientadas. Así mismo, cabe destacar que en las condiciones con menor IC y, en concreto, procesando sobre el soporte refrigerado (Figura 4.20 h) se observan áreas (una de ellas señalada con una flecha en la imagen) donde la desorientación es menor, con una concentración de LABs superior a lo observado en condiciones con un mayor aporte energético.

En la Figura 4.21 se muestran los histogramas de desorientación y la desorientación media de las condiciones estudiadas por ACOM-MET. A igualdad de IC

los procesados sobre el soporte convencional poseen una mayor desorientación media que en el caso de procesar sobre el soporte refrigerado. Además, al igual que en el caso de lo observado por EBSD, la distribución de desorientaciones, en general, se aproxima más a la distribución de Mackenzie [145] cuando se procesa sobre el soporte convencional. Comparando los procesados sobre el mismo tipo de soporte, un aumento del IC conduce a una mayor desorientación media.

4.1.2.2.5. Microscopía electrónica de barrido de probetas ensayadas en tracción a rotura a alta temperatura

En la presente investigación se realizaron ensayos de tracción a una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas. En las Figuras 4.22-33 se muestran micrografías MEB obtenidas en la superficie de la zona deformada de las probetas de tracción en el rango de temperaturas de ensayo 250-450 °C para todas las condiciones de procesado en los tres estados de precipitación de la aleación Al 7075. En todos los casos, dentro de un amplio rango de temperaturas de ensayo, se observa un afloramiento de granos o grupos de granos de morfología equiaxial que deslizan entre sí, característico de deformaciones donde opera el mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano (DFG). En el rango de temperaturas donde se observa esta morfología, el tamaño de grano aumenta progresivamente con la temperatura de ensayo. Así por ejemplo, en la condición 14r05v-O (Figura 4.22) el tamaño de grano para el material procesado sobre el soporte convencional pasa de 2-3 μm a 250 °C a ~5 μm a 450 °C.

Tabla 4.4. Diámetro de Feret (D_F) y relación de aspecto (RA) obtenidos mediante la técnica ACOM-MET. En el caso de DF se proporcionan las medias geométricas junto a los intervalos de confianza correspondientes a una distribución lognormal $\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g$, mientras que para RA se muestra la media aritmética (μ_a) junto con el intervalo de confianza correspondiente a una distribución normal ($\pm\sigma_a$).

Condición	IC	Soporte convencional (A)				Soporte refrigerado (C)			
		D_F (nm)	$\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g$	RA	$\pm\mu_a$	D_F (nm)	$\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g$	RA	$\pm\mu_a$
14r05v	3920	1356	795-2667	0,69	0,22	666	381-1164	0,64	0,19
10r05v	2000	1070	459-2492	0,66	0,25	624	375-1040	0,67	0,19
10r10v	1000	809	460-1422	0,63	0,17	514	318-829	0,67	0,17
07r10v	490	593	338-1040	0,63	0,19	244	95-623	0,65	0,18

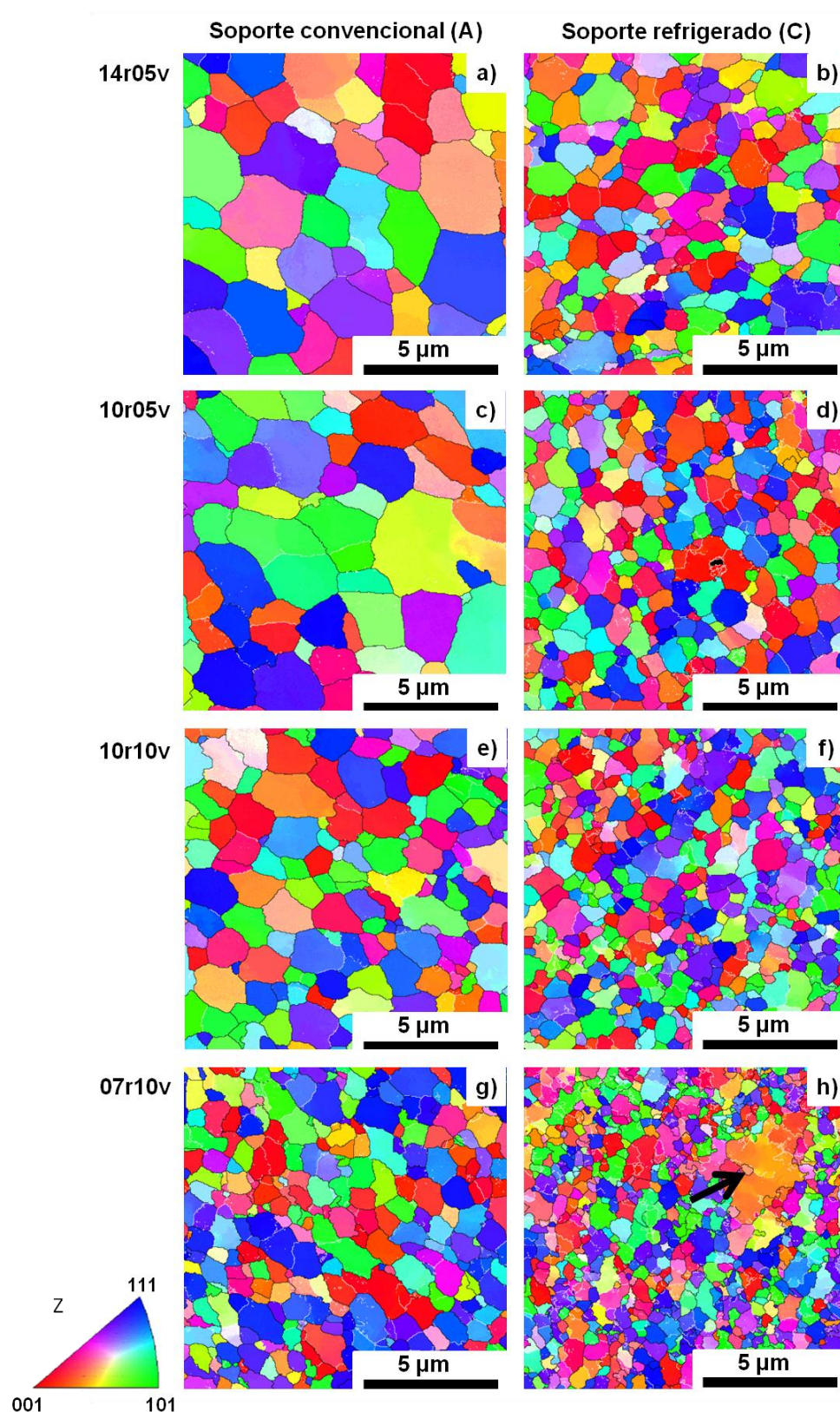


Figura 4.20. Mapas de orientaciones cristalográficas (OIM) obtenidos mediante la técnica ACOM-MET para los procesados: a) A14r05v-O, b) C14r05v-O, c) A10r05v-O, d) C10r05v-O, e) A10r10v-O, f) C10r10v-O, g) A07r10v-O, h) C07r10v-O.

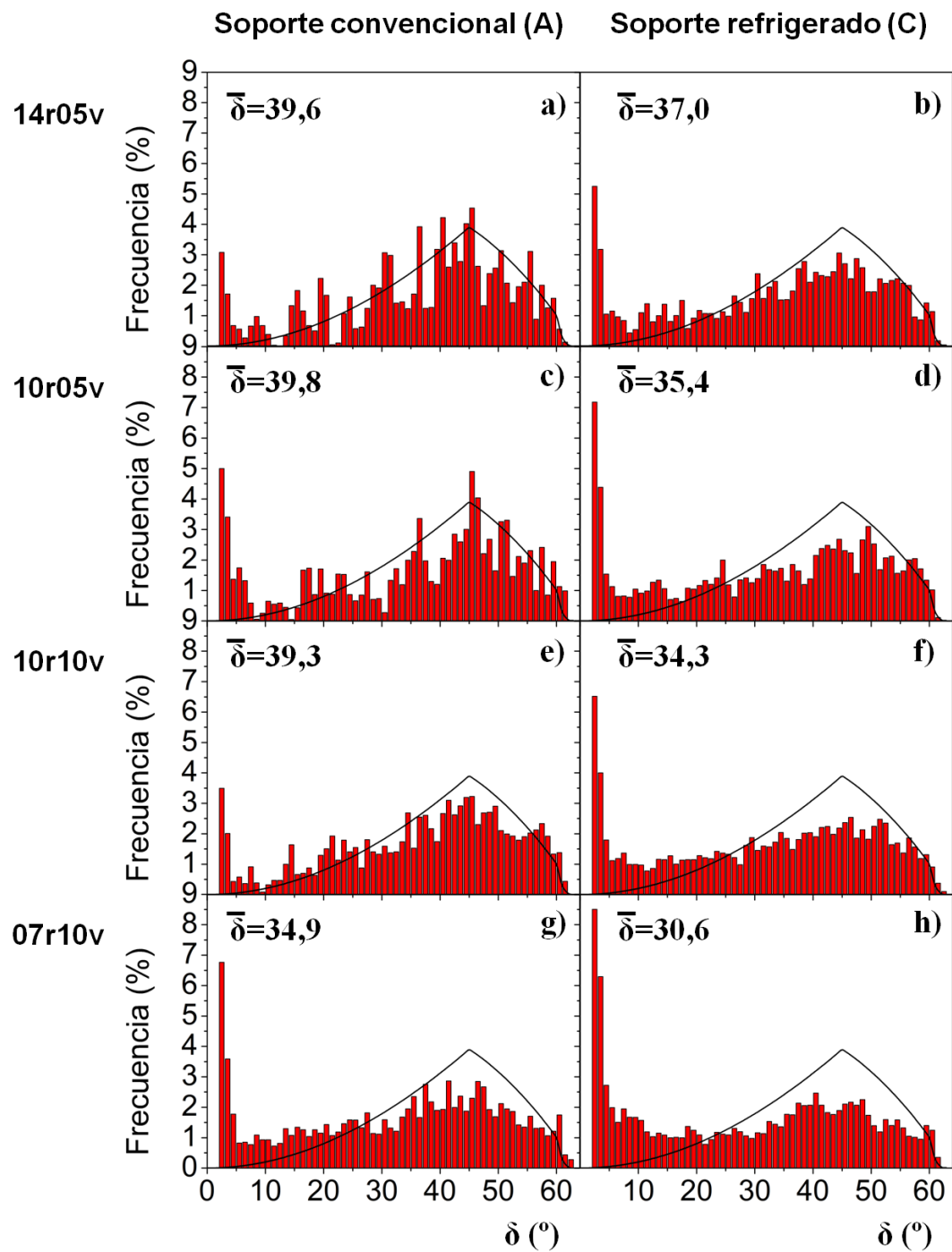


Figura 4.21. Histogramas de desorientación obtenidos de los mapas ACOM-MET para los procesados: a) A14r05v-O, b) C14r05v-O, c) A10r05v-O, d) C10r05v-O, e) A10r10v-O, f) C10r10v-O, g) A07r10v-O, h) C07r10v-O. La línea negra representa la distribución Mackenzie, correspondiente a una distribución al azar en un sistema cúbico cristalino [145].

Comparando a igualdad de temperaturas, las micrografías obtenidas en la condición refrigerada muestran un tamaño de grano menor que el observado en la condición de procesado sobre el soporte convencional. Por ejemplo, en la Figura 4.22, a 300 °C la condición A14r05v-O muestra un tamaño de grano de 3-4 μm mientras que el tamaño de grano en la condición C14r05v-O a esa misma temperatura es 2 μm . De la misma forma, el engrosamiento de la microestructura es más acusado cuando se procesa con valores de IC elevados. Así por ejemplo, para la aleación 7075-O procesada sobre el soporte convencional y ensayada a 350 °C se observa en la condición 14r05v (IC=3920 $\text{rpm}^2/(\text{mm}/\text{min})$) un tamaño de grano de 3-4 μm mientras que en la misma situación para la condición 07r10v (IC=490 $\text{rpm}^2/(\text{mm}/\text{min})$) el tamaño de grano es < 2 μm .

A elevadas temperaturas algunos granos sufren un crecimiento muy por encima del sufrido por el resto de granos adyacentes, alcanzando tamaños en el rango de los cientos de micras. No obstante, rodeando estos granos de mayor tamaño, se siguen observando zonas donde se produce un afloramiento de granos que deslizan entre sí, como ocurre por ejemplo en la Figura 4.22 a 400 °C para la condición C14r05v-O. El valor de la temperatura donde comienza este fenómeno determina el límite de estabilidad microestructural donde el deslizamiento de granos se sucede homogéneamente en toda la probeta y varía según las condiciones de procesado. En general este límite es mayor cuando se procesa sobre el soporte convencional que sobre el soporte refrigerado para una misma condición de procesado. Así, en la Figura 4.23, la pérdida de estabilidad microestructural se observa a 450 °C para el soporte convencional mientras que para el soporte refrigerado ocurre a 400 °C. Para una misma aleación, el rango de temperaturas de estabilidad disminuye al disminuir el IC cuando se procesa sobre el soporte convencional. Por ejemplo, para la 7075-O en la condición 14r05v el límite de estabilidad se establece en $T > 450$ °C para el soporte convencional (Figura 4.22), mientras que en la condición 07r10v el límite se sitúa en 400 °C (Figura 4.25). En el caso de procesar sobre el soporte refrigerado este límite se sitúa en todos los casos a 400 °C.

La evolución microestructural con la temperatura de ensayo se verá reflejada en las propiedades mecánicas mostradas en el apartado 4.1.3.2 y se analizarán en la posterior discusión.

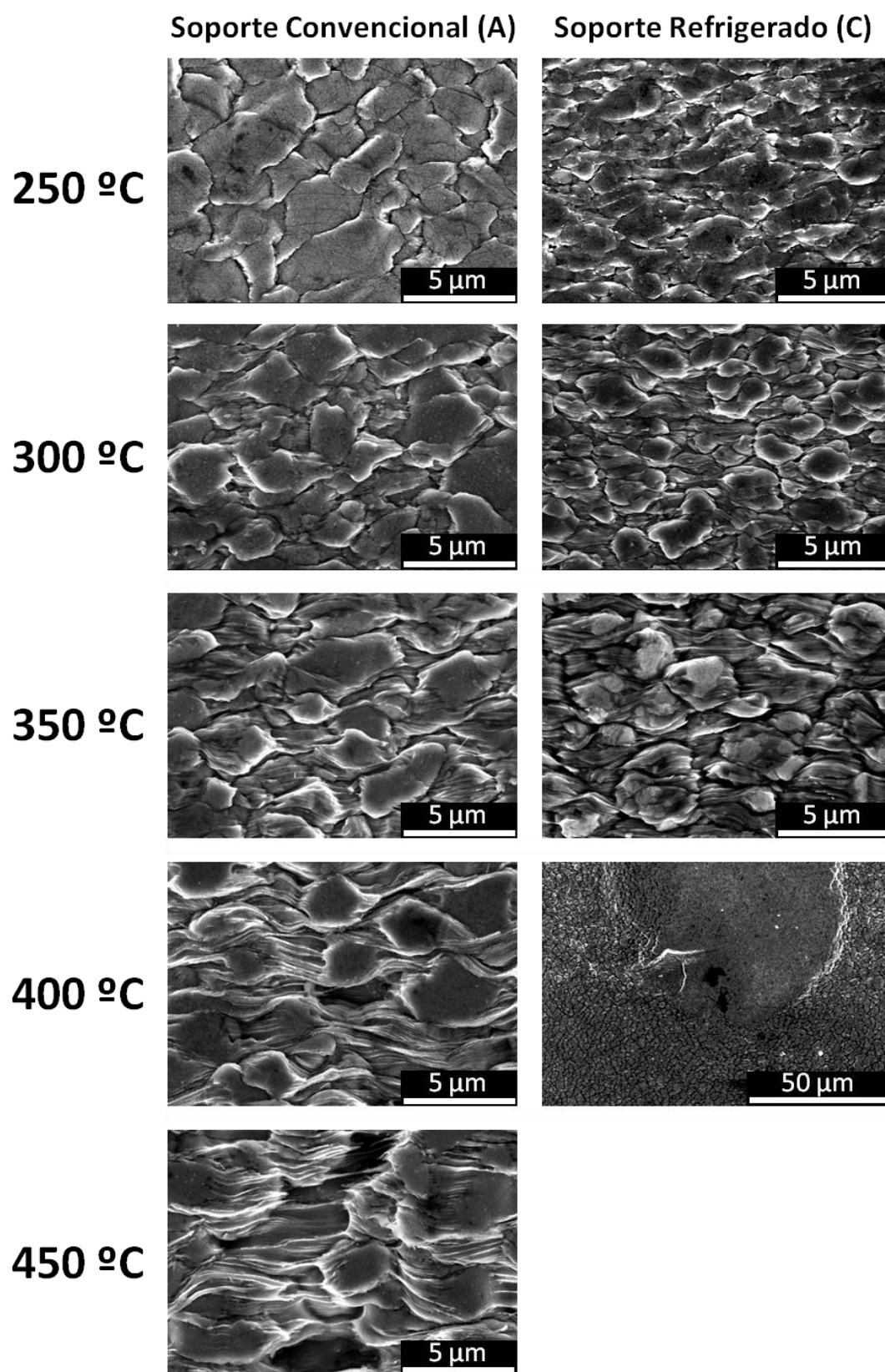


Figura 4.22. Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 14r05v-O.

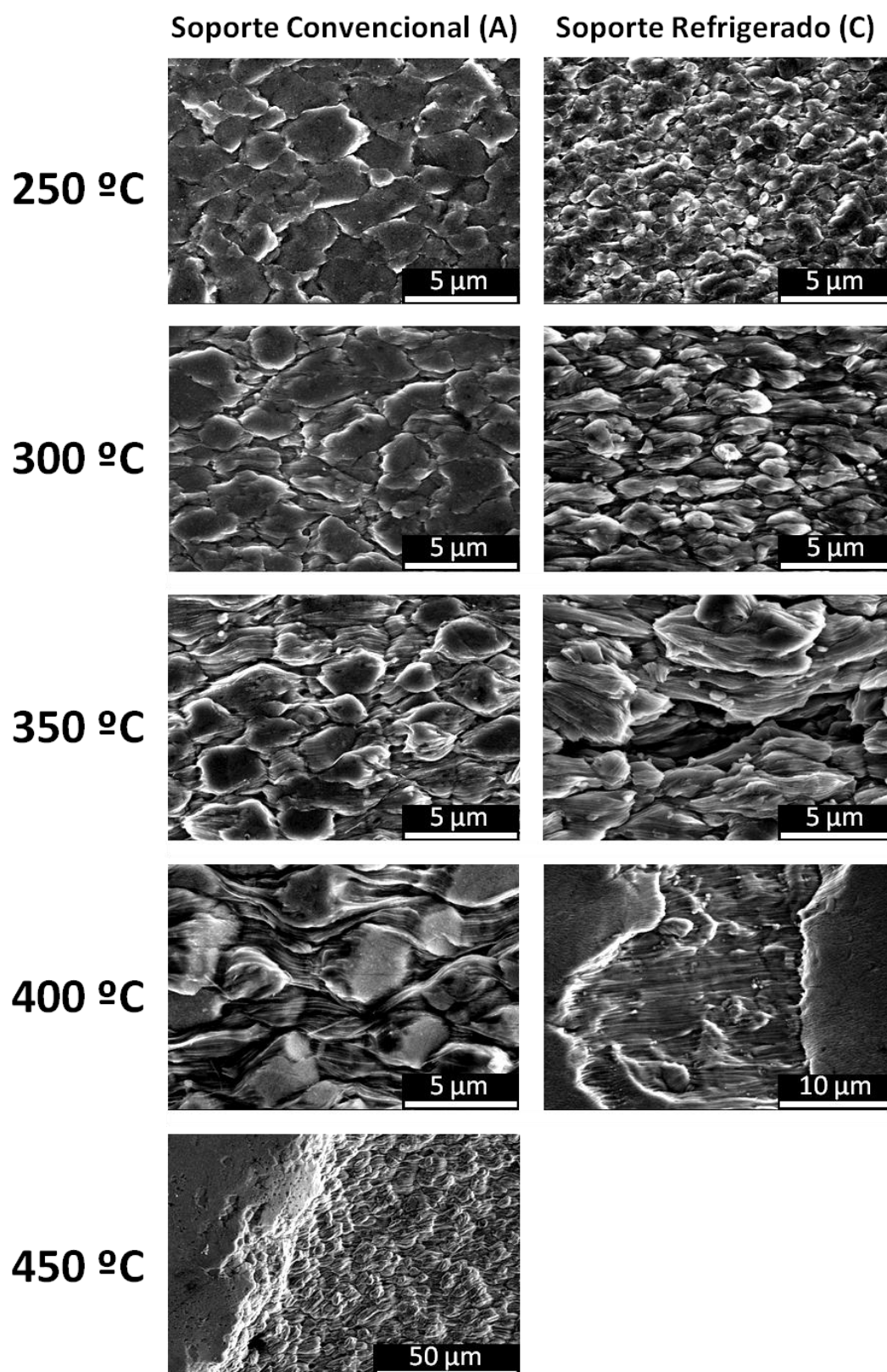


Figura 4.23. Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 10r05v-O.

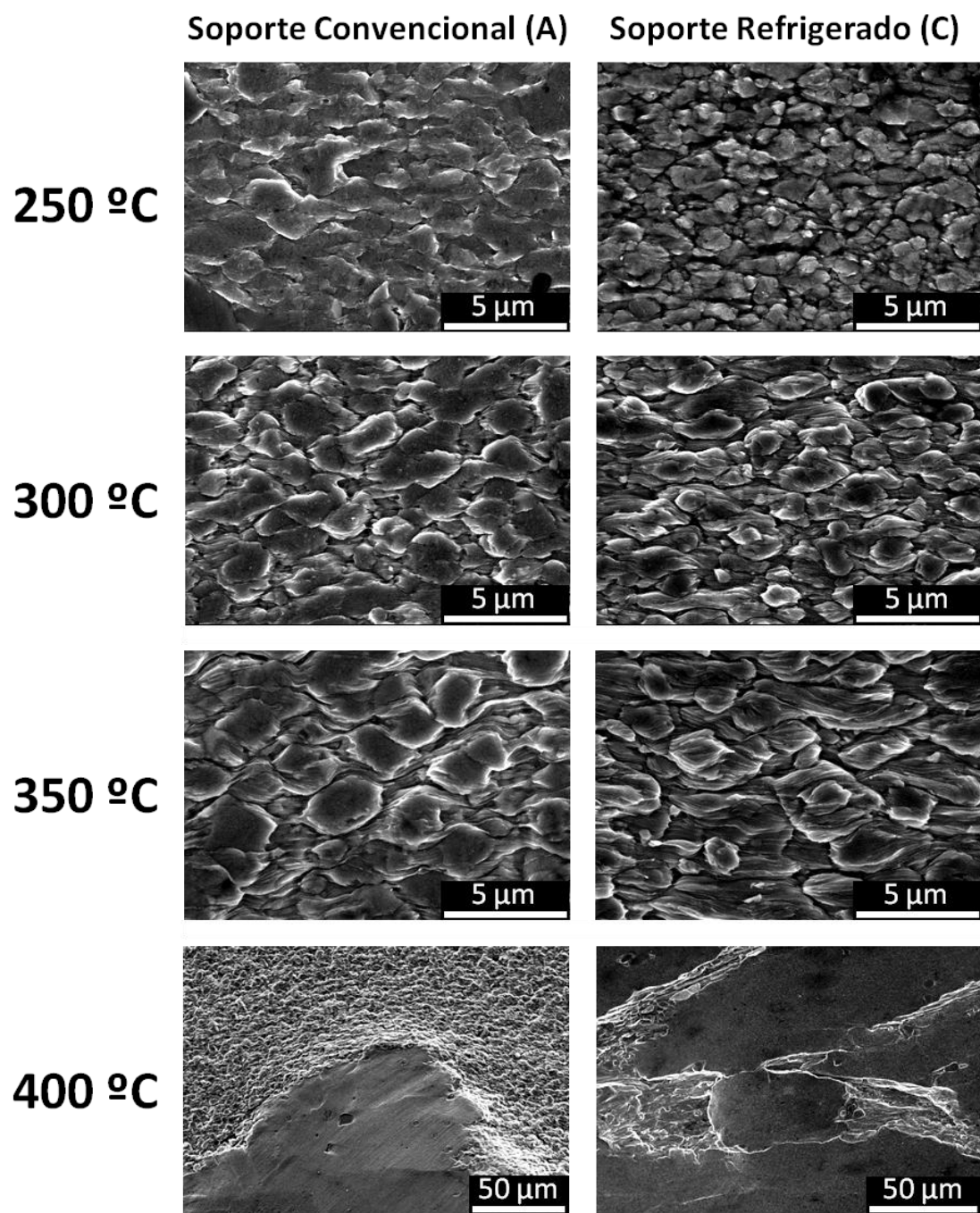


Figura 4.24. Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 10r10v-O.

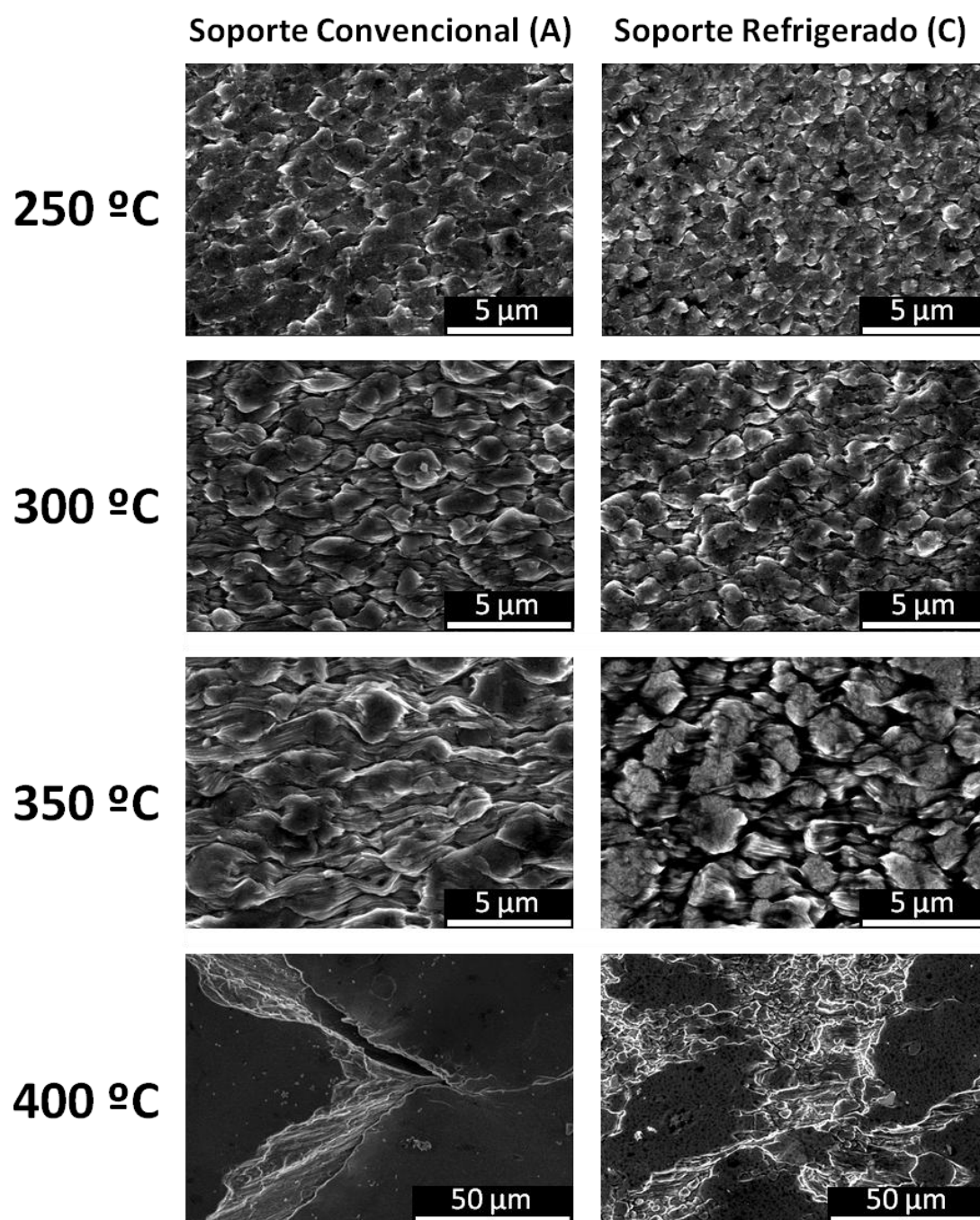


Figura 4.25. Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 07r10v-O.

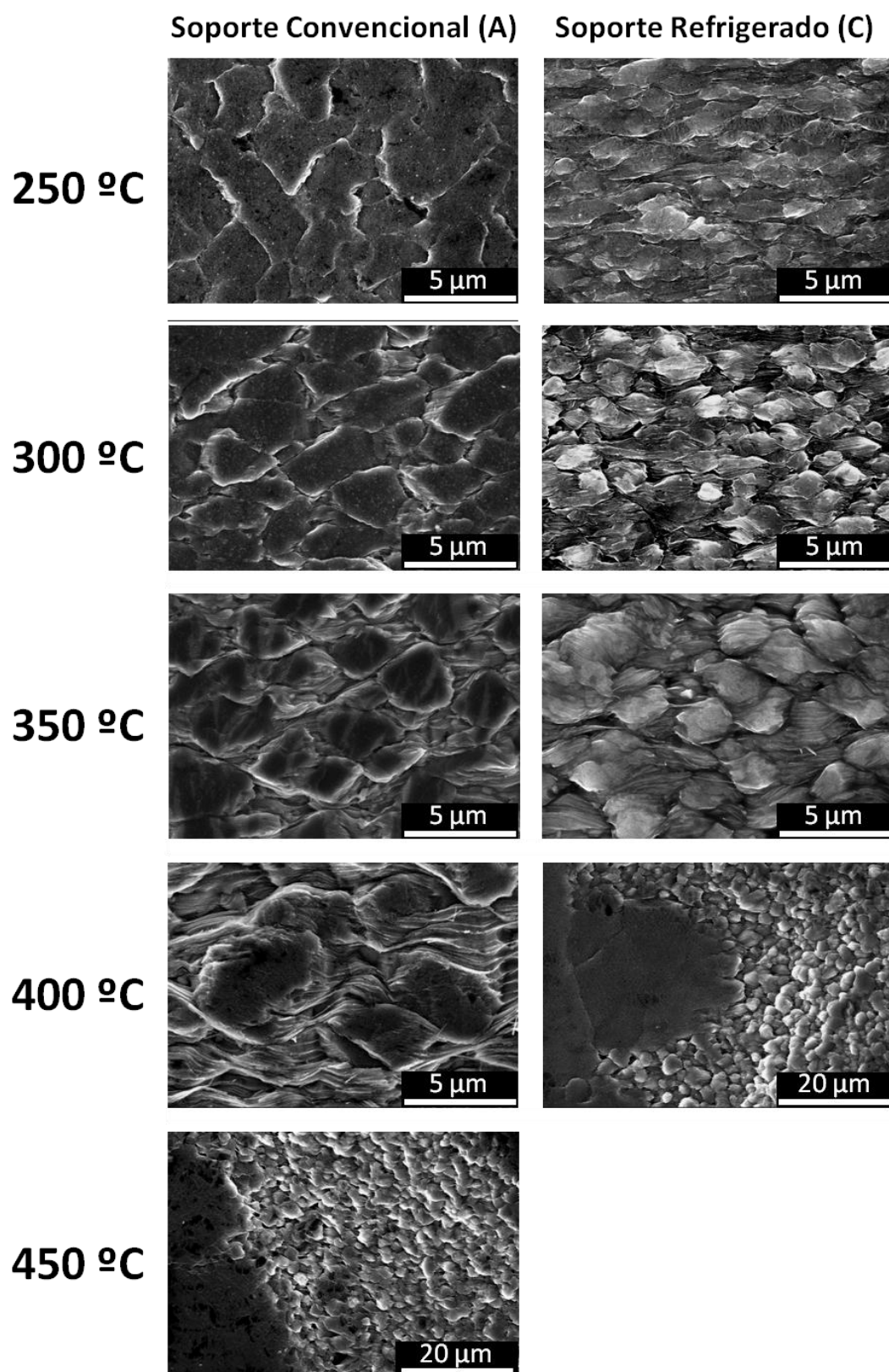


Figura 4.26. Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 14r05v-T6.

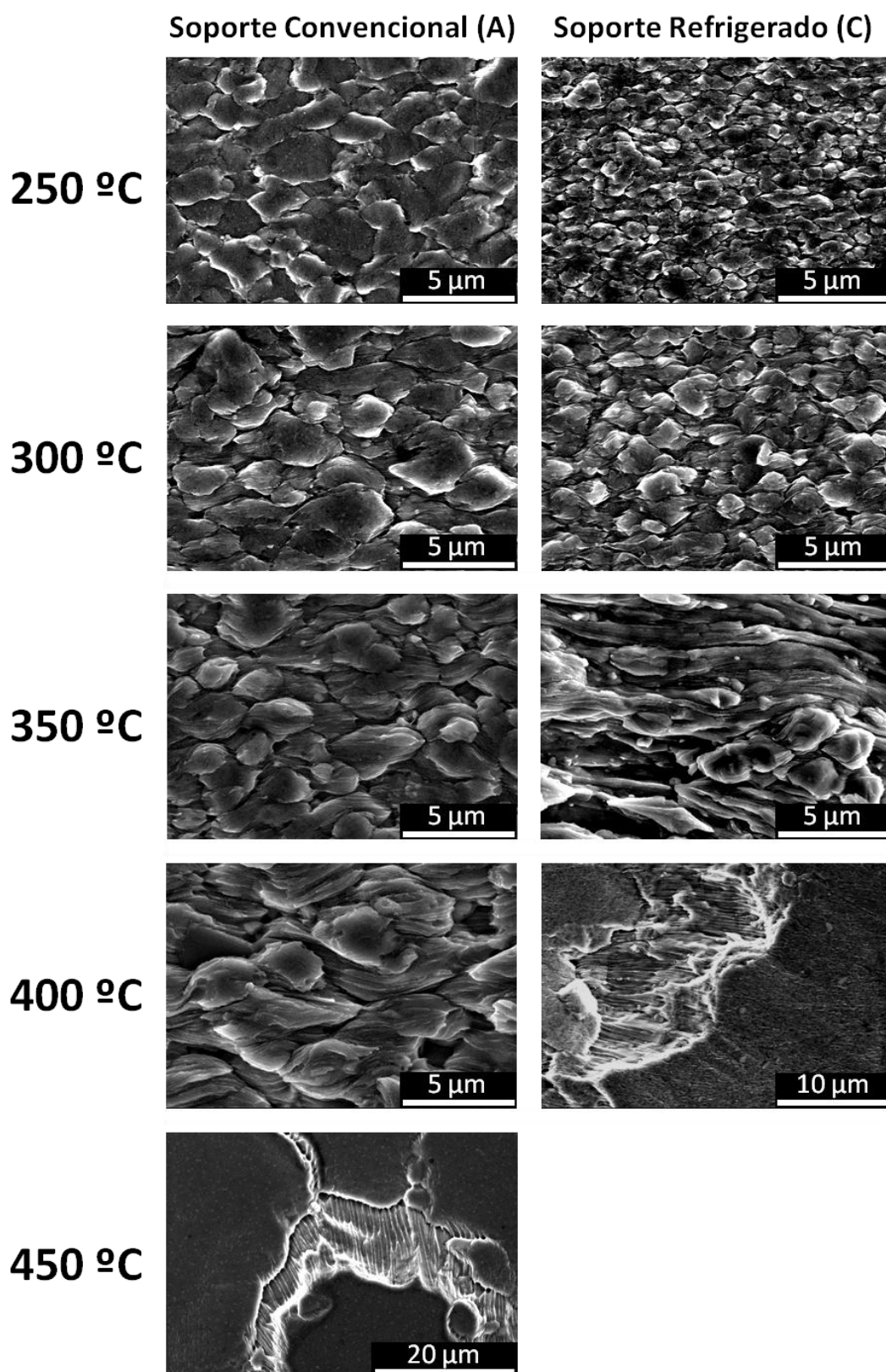


Figura 4.27. Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 10r05v-T6.

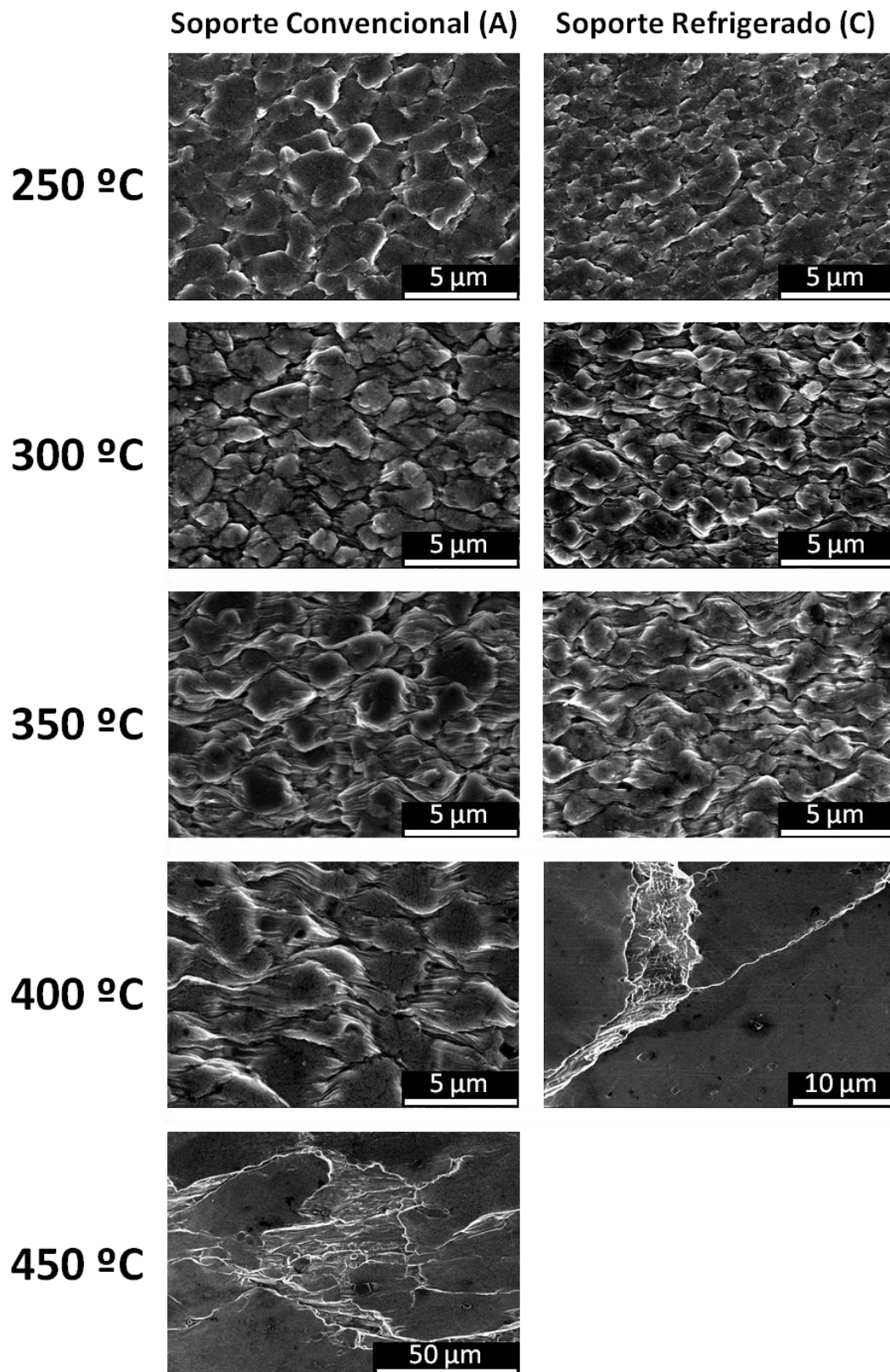


Figura 4.28. Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 10r10v-T6.

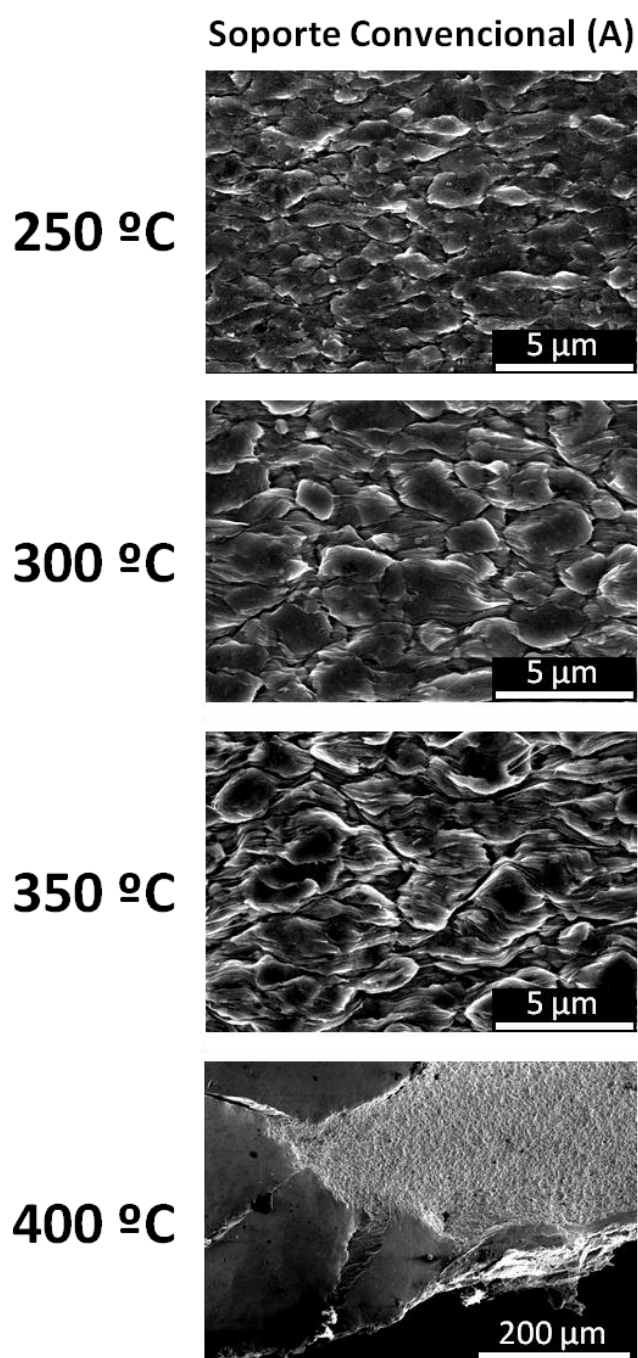


Figura 4.29. Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 07r10v-T6.

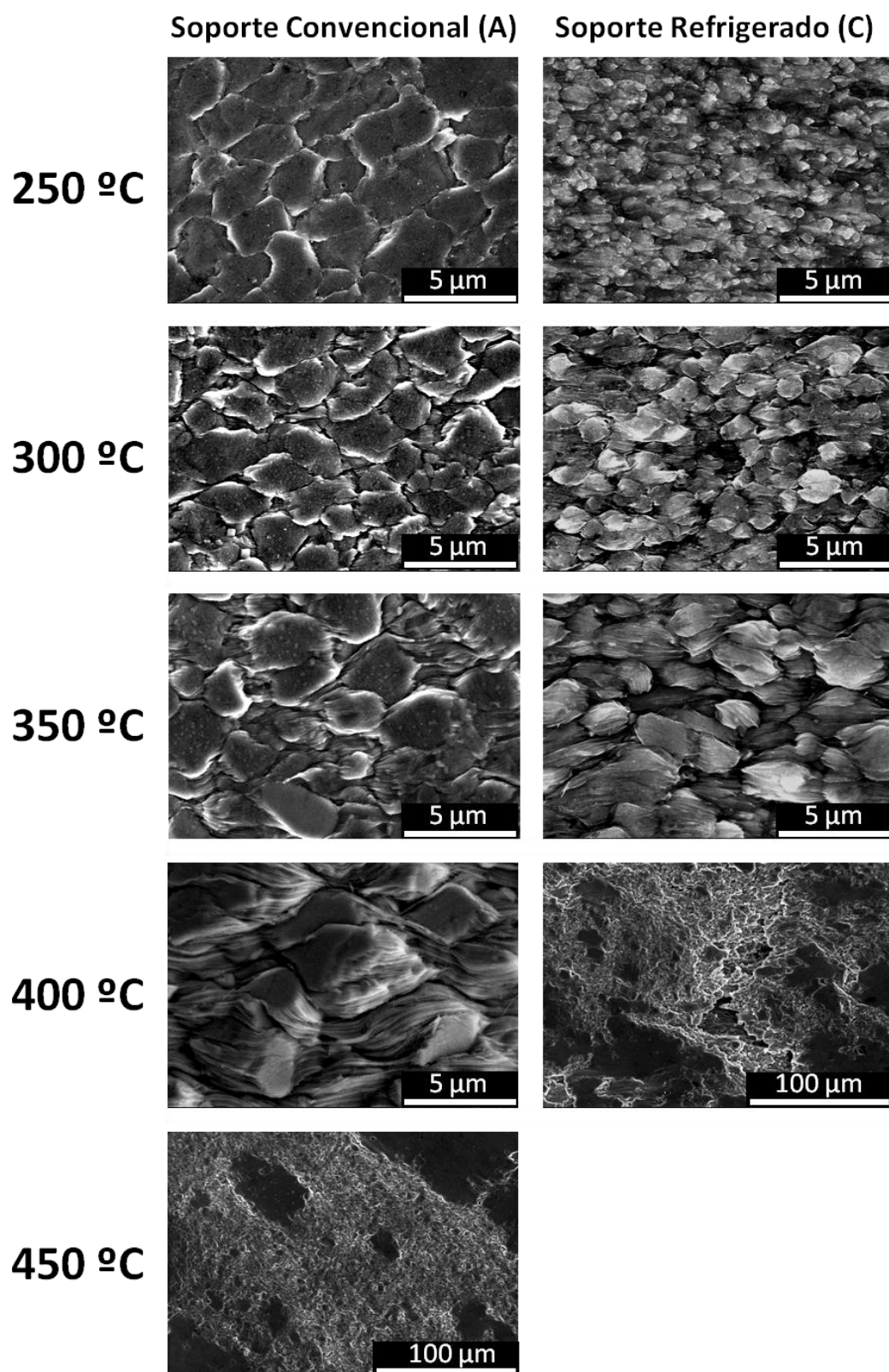


Figura 4.30. Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 14r05v-S.

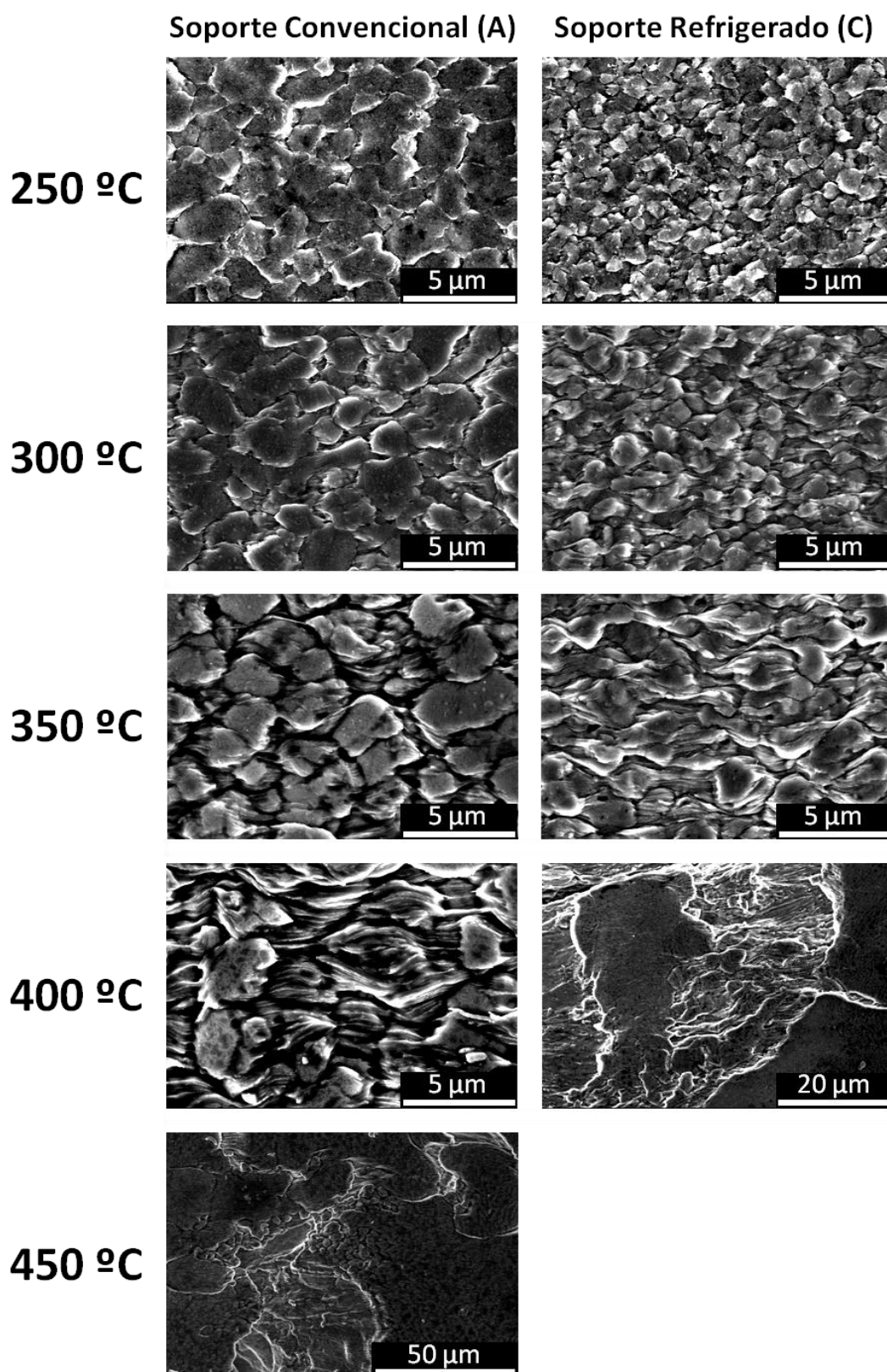


Figura 4.31. Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 10r05v-S.

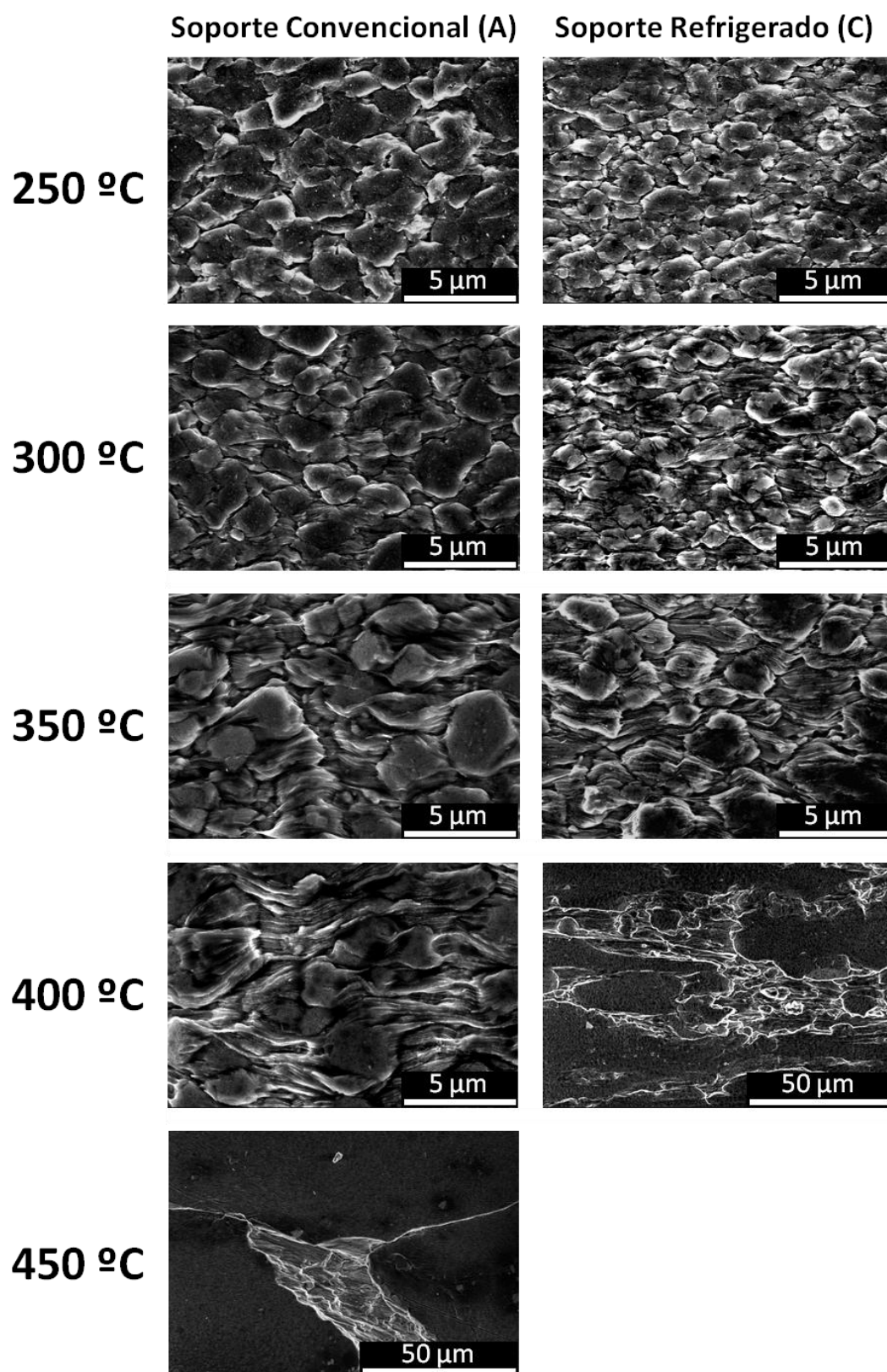


Figura 4.32. Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 10r10v-S.

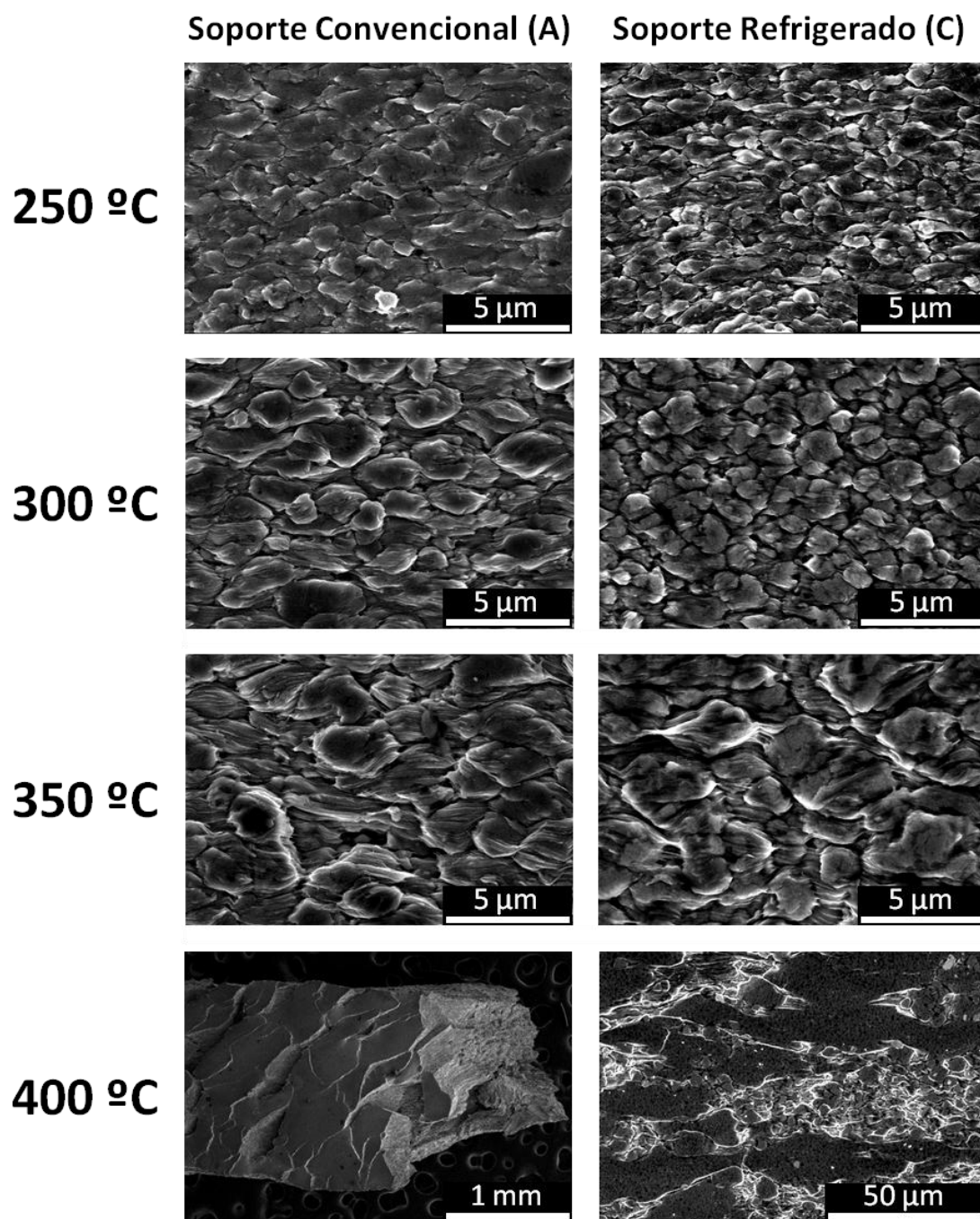


Figura 4.33. Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 07r10v-S.

4.1.3. Propiedades mecánicas.

4.1.3.1. Ultramicroindentación

La microindentación instrumentada se utilizó para la determinación de los valores de dureza de la aleación en los tres estados de precipitación de partida así como de los posteriores cordones procesados por FSP.

En la tabla 4.5 se muestran los valores de dureza para los tres estados de precipitación de la aleación 7075 de partida. Como se puede observar, el estado T6 es el que posee la mayor dureza, mientras que el estado recocido (O) el de menor. El estado solubilizado (S) se encuentra en un valor intermedio debido a la presencia de una gran cantidad de elementos en solución sólida.

En la Figura 4.34 se muestran los perfiles de dureza en los cortes transversales (plano YZ) realizados en la aleación 7075-O para todas las condiciones de procesado contempladas en la presente investigación. En todos los perfiles aparece bien definida la zona donde el procesado tiene efecto sobre el material, con valores de dureza superiores a los propios del material base, 0,8-1 GPa (color azul). Se puede observar que en general la zona de avance, situada a la derecha, y la zona próxima al hombro son las que presentan mayores valores de dureza. La utilización del soporte convencional conlleva la obtención de mayores valores de dureza que al utilizar el soporte refrigerado. Así mismo, para un determinado soporte, un aumento del IC produce mayores valores de dureza. El aumento de dureza observado en la Fig. 4.34 va en contra de la ley de Hall-Petch (Ecuación 1.1), ya que el tamaño de grano es mayor (Figura 4.8). El hecho de que los mayores valores de dureza se obtengan en las condiciones con mayores IC y con el soporte convencional (mayores tamaños de grano) apunta a un aumento de dureza relacionado con una disolución parcial, seguida de un mayor envejecimiento gracias a la mayor temperatura y tiempo disponible en estas condiciones de procesado, como se tratará en la discusión.

Tabla 4.5. Dureza de la aleación en los tres estados de precipitación de la aleación Al 7075 de partida.

	7075-O	7075-T6	7075-S
H (Gpa)	0,89 ±0,02	2,15 ±0,05	1,37 ±0,02

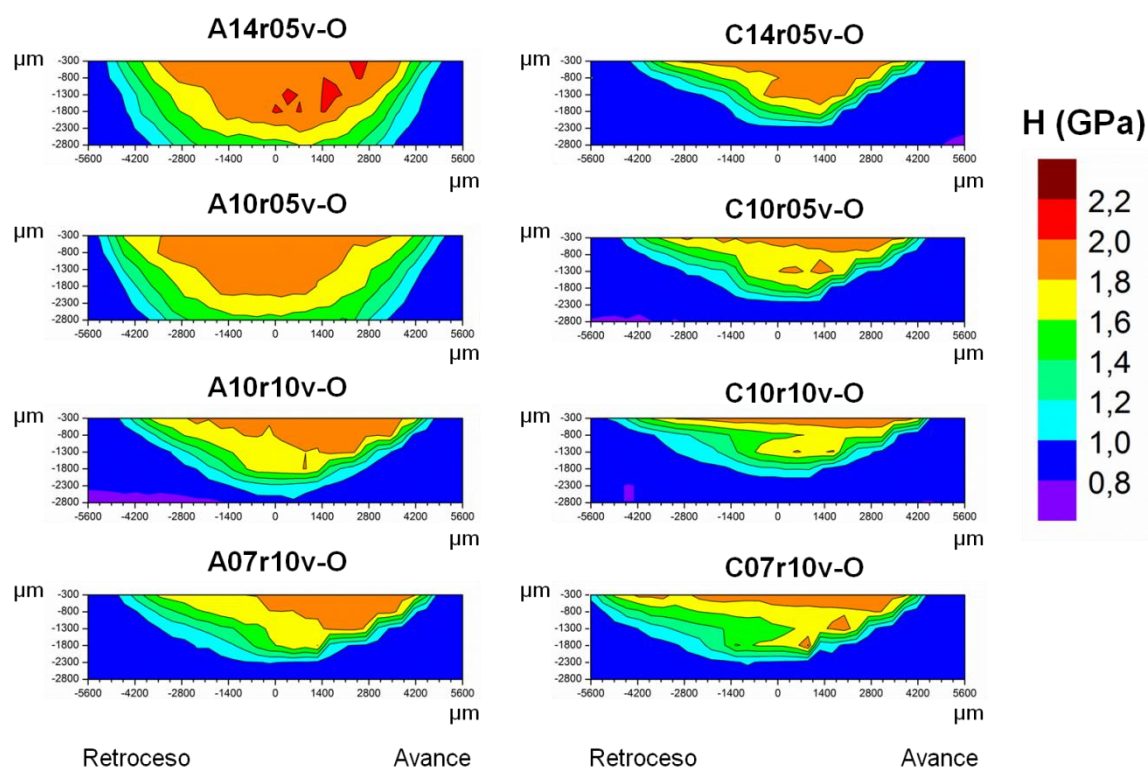


Figura 4.34. Perfiles de dureza obtenidos en la aleación 7075-O en todas las condiciones de procesamiento contempladas en la presente investigación.

En la Figura 4.35 se muestran los perfiles de dureza en los cortes transversales (plano YZ) realizados en la condición de procesamiento 10r10v sobre dos tipos de soporte en los tres estados de precipitación contemplados para la aleación Al 7075. Se observa que aproximadamente en los tres estados la dureza en la zona batida (SZ) toma valores similares, $\geq 1,8$ GPa. Tanto en el caso de la 7075-O como de la 7075-S, la dureza en la SZ es mayor que en el material de partida, al contrario que en el caso de la 7075-T6 donde la dureza en la SZ es menor que la del material de partida (Tabla 4.5). Por otro lado, se observan diferencias en cuanto a la distribución de zonas de isodureza, que hacen referencia a la extensión de cada zona definida por el procesamiento: SZ, TMAZ y HAZ. Así por ejemplo, en el estado 7075-O la SZ y la TMAZ quedan bien definidas mientras que la HAZ es prácticamente inexistente. Por su parte, en el caso de la 7075-T6, la temperatura del procesamiento produce una disminución de los valores de dureza en SZ y TMAZ con respecto a los del material base y genera una HAZ muy extensa. Por último, el caso de la 7075-S es un caso intermedio donde se produce un aumento de la dureza en SZ y TMAZ, al igual que ocurría en la 7075-O, pero se observa una HAZ

como sucede en la 7075-T6. Asimismo, estas zonas son más extensas cuando el procesamiento se realiza sobre el soporte convencional. Estas diferencias entre las tres aleaciones y los dos soportes se relacionarán con la evolución de los precipitados en la discusión.

4.1.3.2. Ensayos de tracción a intermedias y altas temperaturas

4.1.3.2.1. Material de partida

4.1.3.2.1.1. Ensayos a velocidad de travesaño constante

En la presente investigación se realizaron ensayos de tracción a rotura a una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} , a 200, 250, 300, 350, 400 y 450 °C en los tres estados de precipitación de partida estudiados. En la Figura 4.36 se muestran las curvas obtenidas para el material de partida a dicha velocidad de deformación se muestran. En la Tabla 4.6 se muestran los parámetros mecánicos extraídos de dichas curvas: límite elástico ($\sigma_{0,2}$), resistencia máxima a tracción (σ_{\max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_f).

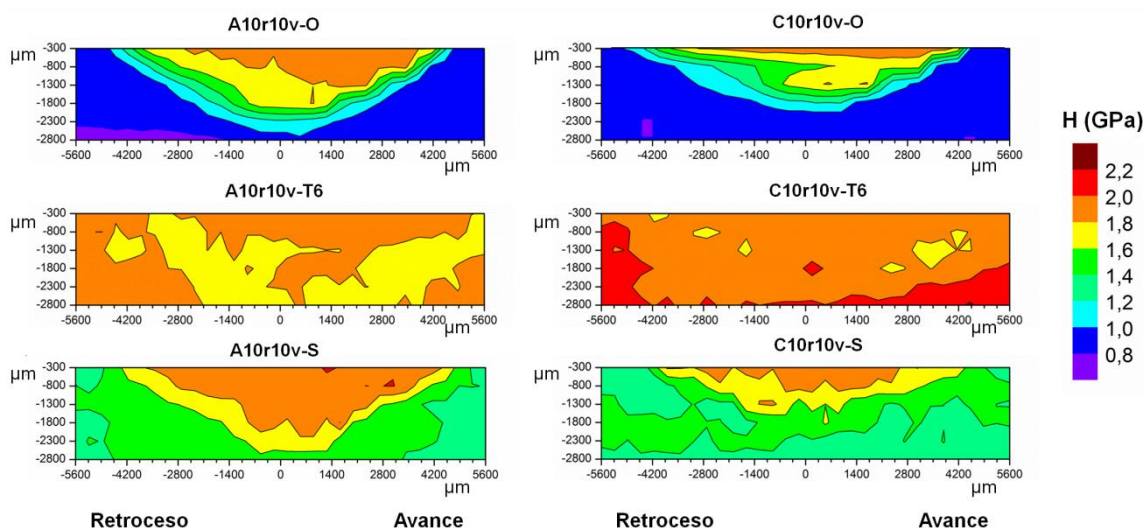


Figura 4.35. Perfiles de dureza obtenidos en la condición de procesamiento 10r10v utilizando ambos soportes en los tres estados de precipitación de la aleación 7075.

En la Figura 4.36 se observa que al aumentar la temperatura de ensayo (T) disminuye la resistencia de la aleación en los tres estados de precipitación de partida. Asimismo, en todas las temperaturas ensayadas se alcanza un estado estacionario durante el ensayo, permaneciendo prácticamente constante la tensión durante la deformación plástica. A las menores temperaturas de ensayo se observa como la aleación en el estado T6 alcanza valores de resistencia superiores a los del estado S y el O, siendo este último el menos resistente. Sin embargo, a elevadas T los valores de resistencia de los tres estados de precipitación es similar. En cuanto a la ductilidad, en general el valor de ϵ_F aumenta al aumentar T . Tanto en el estado T6 como en el estado O, la ductilidad decae ligeramente a partir de 350 °C, mientras que en el caso del estado S los alargamientos aumentan monótonamente con la T . Las diferencias tanto en la resistencia como en la ductilidad son atribuibles a las diferencias en la evolución de precipitación y/o disolución de cada uno de los estados de la aleación durante el ensayo.

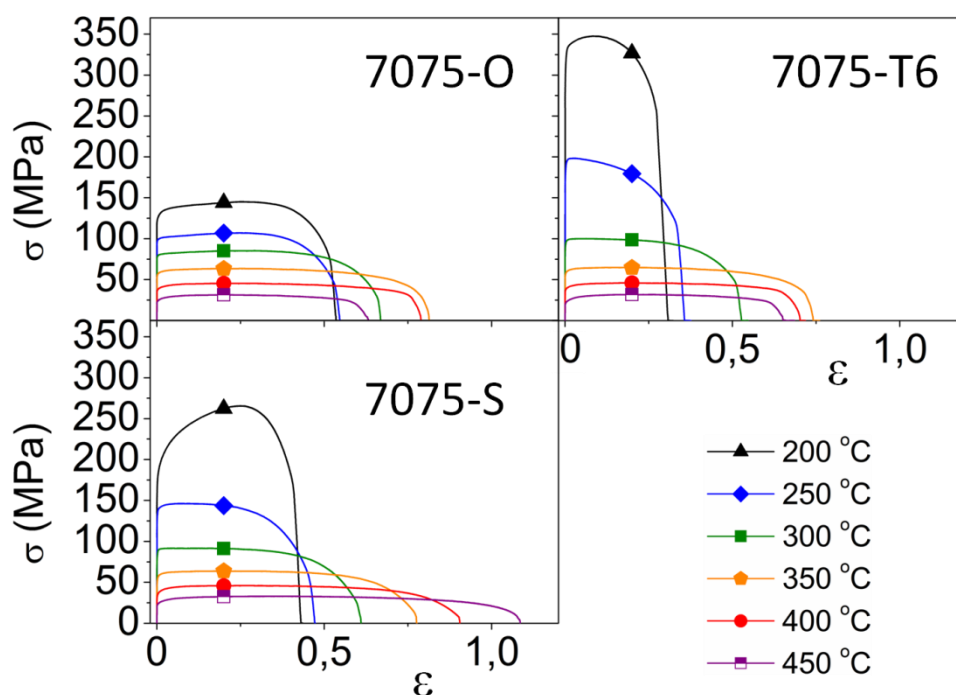


Figura 4.36. Curvas de tracción a una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} y diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 7075 en los tres estados de precipitación de partida estudiados.

Tabla 4.6. Límite elástico ($\sigma_{0.2}$), resistencia máxima (σ_{\max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_f) a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 7075 en los tres estados de precipitación de partida estudiados.

	T (°C)	$\sigma_{0.2}$ (Mpa)	σ_{\max} (MPa)	e_u (%)	e_f (%)
7075-O	200	124	145	29	71
	250	98	107	28	73
	300	78	85	34	95
	350	56	63	28	126
	400	37	46	24	120
	450	23	31	25	91
7075-T6	200	311	347	8	31
	250	185	198	3	43
	300	93	100	6	69
	350	57	65	13	110
	400	38	46	20	102
	450	21	32	30	94
7075-S	200	175	265	28	51
	250	134	146	8	59
	300	85	92	13	84
	350	54	64	23	117
	400	34	46	33	147
	450	23	33	43	196

4.1.3.2.1.2. Ensayos con cambios en la velocidad de deformación

Para la determinación de los mecanismos de deformación a intermedias y altas temperaturas, en la presente investigación se realizaron ensayos de tracción a rotura con cambios en la velocidad de deformación, en el rango de temperaturas 200-450 °C. En el apartado 3.2.4.2. se encuentra la descripción de este tipo de ensayos.

Los pares $\dot{\epsilon}$ - σ de la aleación en los tres estados de precipitación de partida se han representado en doble escala logarítmica en la Figura 4.37. En la figura se observa que, a igualdad de $\dot{\epsilon}$, la resistencia de la aleación de partida disminuye cuando aumenta la temperatura de ensayo. Además se observa que las curvas $\dot{\epsilon}$ - σ adquieren pendientes cada vez menores según aumenta la temperatura. En la Tabla 4.7 se muestran los valores de los exponentes de la tensión aparentes a 10^{-2} s^{-1} y 10^{-4} s^{-1} y los valores de energía de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} y 10^{-4} s^{-1} a diferentes temperaturas de ensayo

para la aleación Al 7075 en los tres estados de precipitación de partida, calculados a partir de las expresiones 2.5 y 2.6 respectivamente. Así mismo, se muestra el valor del exponente de la tensión aparente mínimo, n_{ap}^{min} , para cada temperatura de ensayo, acompañado, entre paréntesis, de la velocidad de deformación a la que fue registrado. En las temperaturas de ensayo más bajas, los valores de n_{ap} son elevados, por encima de 8, y disminuyen al aumentar la temperatura. Así mismo, para una misma temperatura, el valor de n_{ap} disminuye al disminuir $\dot{\epsilon}$. Por su parte, los valores de Q_{ap} están en torno al valor de la autodifusión de aluminio, $Q_R=142$ kJ/mol en el caso de la aleación en estado O. Sin embargo, para los estados T6 y S los valores de Q_{ap} son muy elevados a las temperaturas de ensayo menores, mientras que a temperaturas mayores los valores se sitúan cercanos a Q_R . Estos cambios en los valores de n_{ap} y Q_{ap} están relacionados con los cambios microestructurales que se producen durante los ensayos, como se detallará en el apartado de discusión.

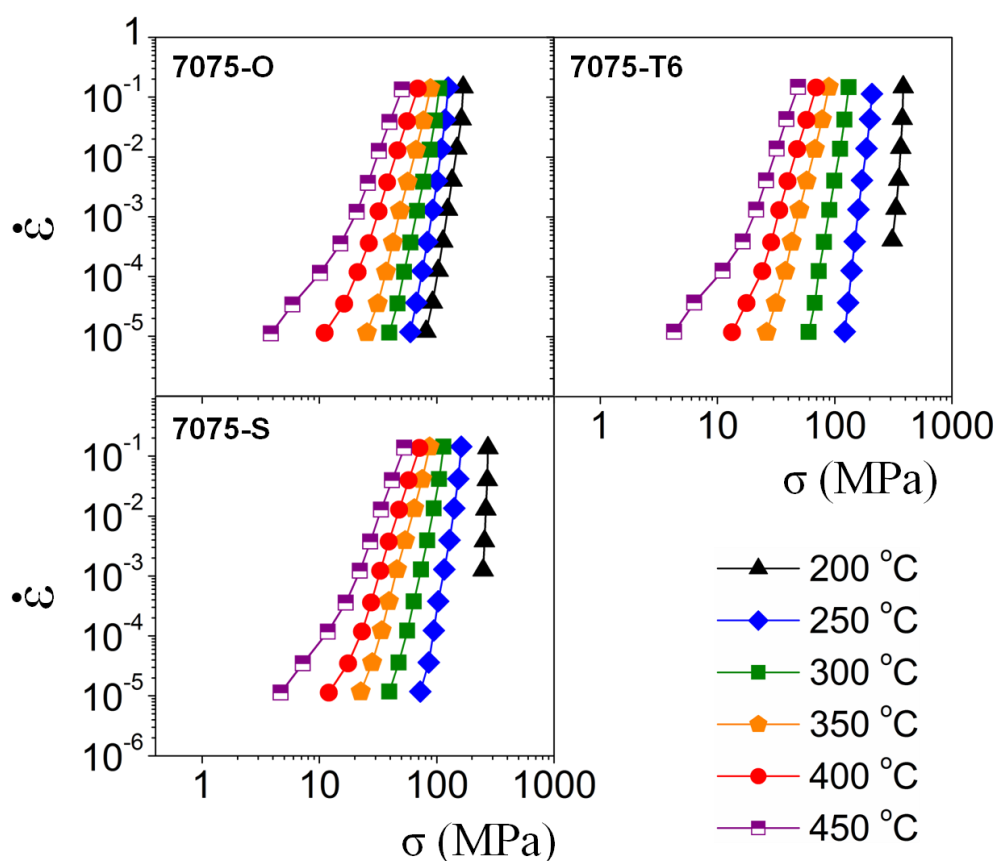


Figura 4.37. Representación en doble escala logarítmica de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 7075 en los tres estados de precipitación de partida.

Tabla 4.7. Exponentes de la tensión aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} y mínimos, y energías de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} y 10^{-4} s^{-1} a diferentes temperaturas de ensayo para la aleación Al 7075 en los tres estados de precipitación de partida. Los valores de n_{ap}^{min} se acompañan, entre paréntesis, de la velocidad de deformación a la que fueron registrados.

	T (°C)	$n_{ap}^{10^{-2}}$	$n_{ap}^{10^{-4}}$	n_{ap}^{min}	$Q_{ap}^{10^{-2}}$ (kJ/mol)	$Q_{ap}^{10^{-4}}$ (kJ/mol)
7075-O	200	13,2	11,4	9,1 (10^{-5} s^{-1})	149	131
	250	14,8	11,0	9,3 (10^{-5} s^{-1})	155	147
	300	10,4	9,2	7,1 (10^{-5} s^{-1})	117	157
	350	7,6	7,8	5,3 (10^{-5} s^{-1})	133	203
	400	6,1	4,8	2,9 (10^{-5} s^{-1})	141	213
	450	5,5	2,5	2,41 ($3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)	137	137
7075-T6	200	32,4	-	18,4 (10^{-3} s^{-1})	860	-
	250	15,0	18,5	15,1 (10^{-2} s^{-1})	382	557
	300	11,5	13,1	11,1 ($3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)	292	433
	350	7,9	7,3	7,3 (10^{-4} s^{-1})	190	240
	400	6,3	4,7	3,9 (10^{-5} s^{-1})	152	197
	450	5,9	2,4	2,4 (10^{-4} s^{-1})	164	143
7075-S	200	43,6	-	42,1 (10^{-3} s^{-1})	1058	-
	250	13,4	12,8	6,7 (10^{-5} s^{-1})	290	310
	300	10,2	7,7	6,1 (10^{-5} s^{-1})	194	198
	350	7,0	7,1	4,9 (10^{-5} s^{-1})	134	182
	400	6,0	5,2	2,9 (10^{-5} s^{-1})	123	182
	450	5,5	2,7	2,5 ($3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)	132	137

4.1.3.2.2. Material procesado por FSP

4.1.3.2.2.1. Ensayos a velocidad de travesaño constante

Las Figuras 4.38-40 muestran curvas de tracción a una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} realizadas en el rango de temperaturas de ensayo 200-450 °C para la aleación en los tres estados de precipitación de partida procesada por FSP. Los parámetros mecánicos extraídos de dichas curvas se muestran en las Tablas 4.8-10. La resistencia de las aleaciones 7075-O y 7075-S procesadas por FSP es superior a la del estado de precipitación inicial a $T \leq 250 \text{ °C}$, especialmente en las condiciones de procesado con mayor IC. Sin embargo, a $T > 250 \text{ °C}$ en todo el rango de temperaturas estudiado, ambas aleaciones son menos resistentes que el material de partida. En el caso

de la aleación en estado T6 procesada por FSP, en todas las condiciones, la resistencia observada es menor que la de la aleación de partida. Para las tres aleaciones procesadas, sobre el mismo soporte, en general se observa que, ensayando a alta T la resistencia disminuye al disminuir el IC. Así mismo, para un mismo valor de IC, la resistencia de la aleación es menor cuando se procesa sobre el soporte refrigerado. Nótese que al disminuir el IC, es decir, al aumentar la severidad de procesado, la resistencia disminuye en lugar de aumentar, propio de la operación de un mecanismo ablandador como el mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano (DFG).

En cuanto a la ductilidad, en las tres aleaciones se cumple que, en general, en todo el intervalo de condiciones estudiado, el procesado por FSP induce un aumento de la ductilidad. Este aumento de ductilidad es especialmente grande, alcanzando valores de e_F muy superiores al 200 %, considerado normalmente el umbral de la deformación superplástica [170], en una ventana de temperaturas relativamente ancha para cada condición de procesado. Se observa que al procesar sobre un mismo soporte, al disminuir el valor de IC la localización de esta ventana de gran ductilidad se desplaza hacia menores valores de temperatura. Asimismo, esta ventana en temperaturas es en general 50 °C más ancha en el caso de procesar sobre el soporte refrigerado que sobre el soporte convencional. Para cada aleación procesada, los valores de alargamiento máximo fueron 542 % a 350 °C en A07r10v-T6, 546% a 300 °C en C10r05v-O y 610% a 350 °C en C14r05v-S. Además, cabe destacar los elevados valores de e_F conseguidos a una temperatura de ensayo tan baja como 250 °C y una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} de 242, 271 y 353 % para las condiciones C10r05v-O, C10r05v-T6 y C07r10v-S respectivamente.

La disminución tan grande de resistencia y el aumento tan notable de ductilidad indican claramente que el procesado por FSP induce un cambio en el mecanismo de deformación con respecto a las aleaciones de partida, de movimiento de dislocaciones a DFG dando lugar a superplasticidad, y que será analizado en el apartado siguiente y en el 4.2.3.

En la Figura 4.41 se muestra el aspecto de probetas de tracción, junto con el valor del alargamiento alcanzado (e_F), tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas para las condiciones de procesado C10r05v-O, A07r10v-T6 y C14r05v-S. Las probetas que alcanzan alargamientos elevados muestran

una deformación homogénea a lo largo de toda la zona de trabajo, sin formación de estricciones, mientras que a 400 °C, donde el valor de alargamiento vuelve a descender, se observa una fractura con planos facetados.

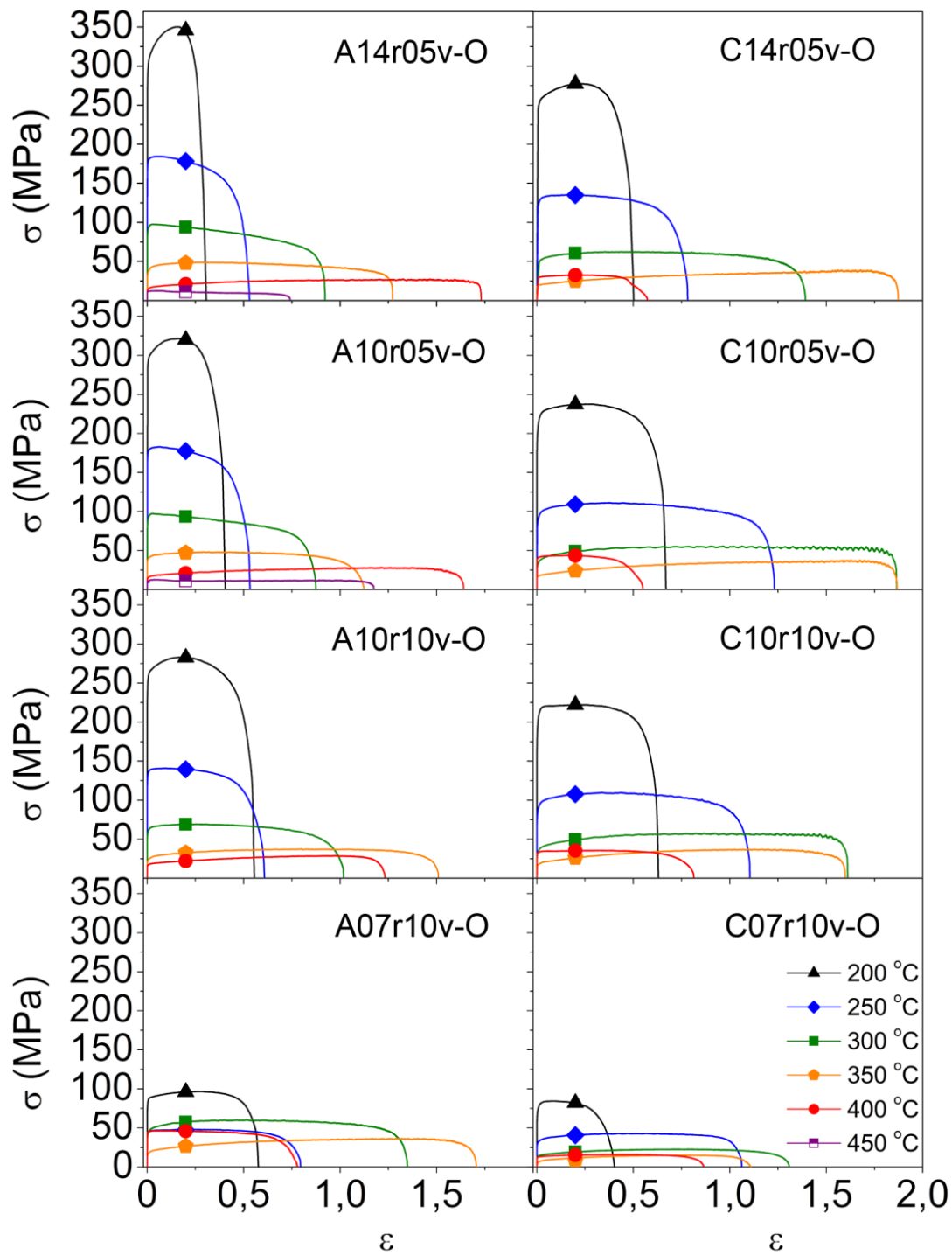


Figura 4.38. Curvas de tracción a velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} y diferentes temperaturas de ensayo de la aleación 7075-O procesada por FSP.

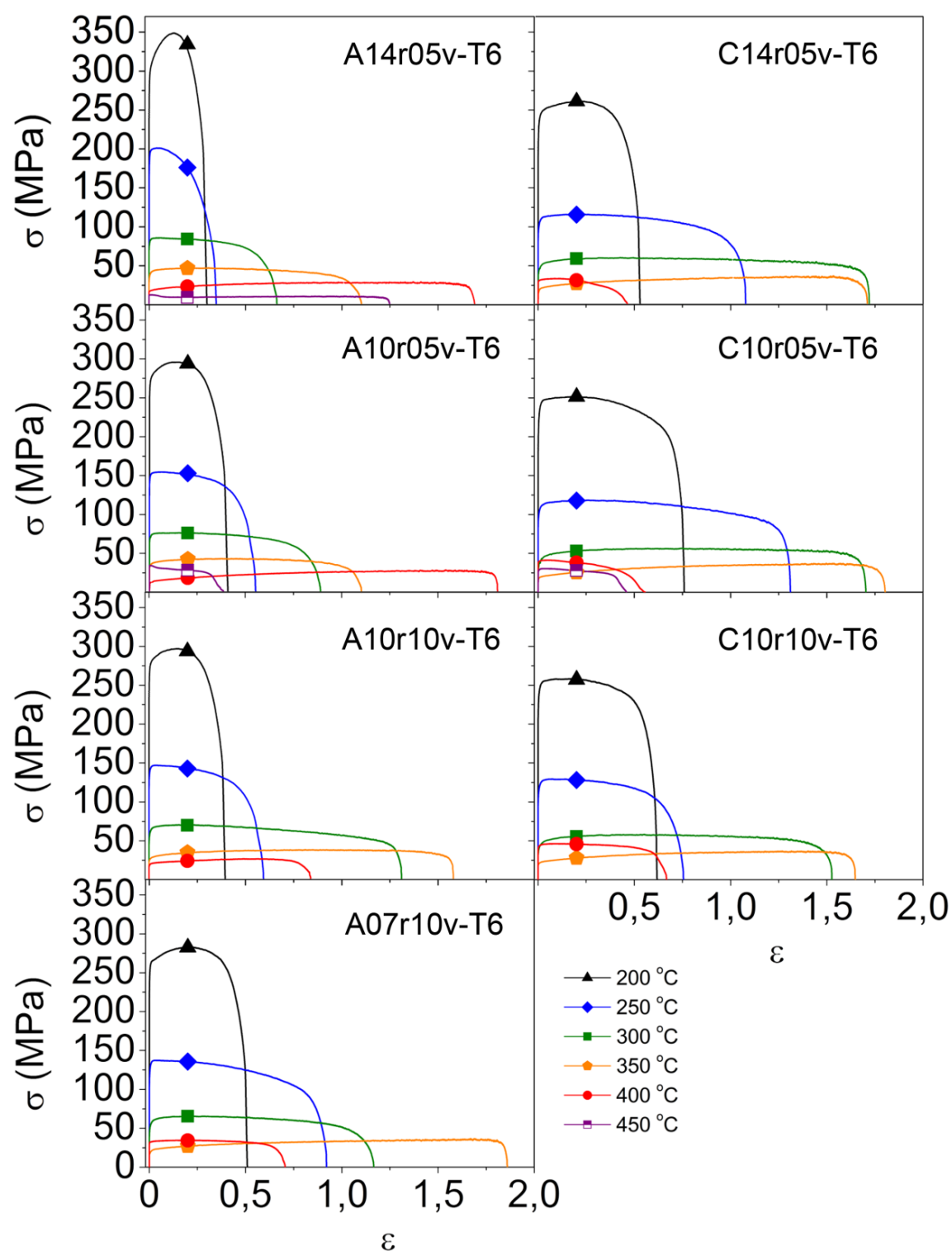


Figura 4.39. Curvas de tracción a velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} y diferentes temperaturas de ensayo de la aleación 7075-T6 procesada por FSP.

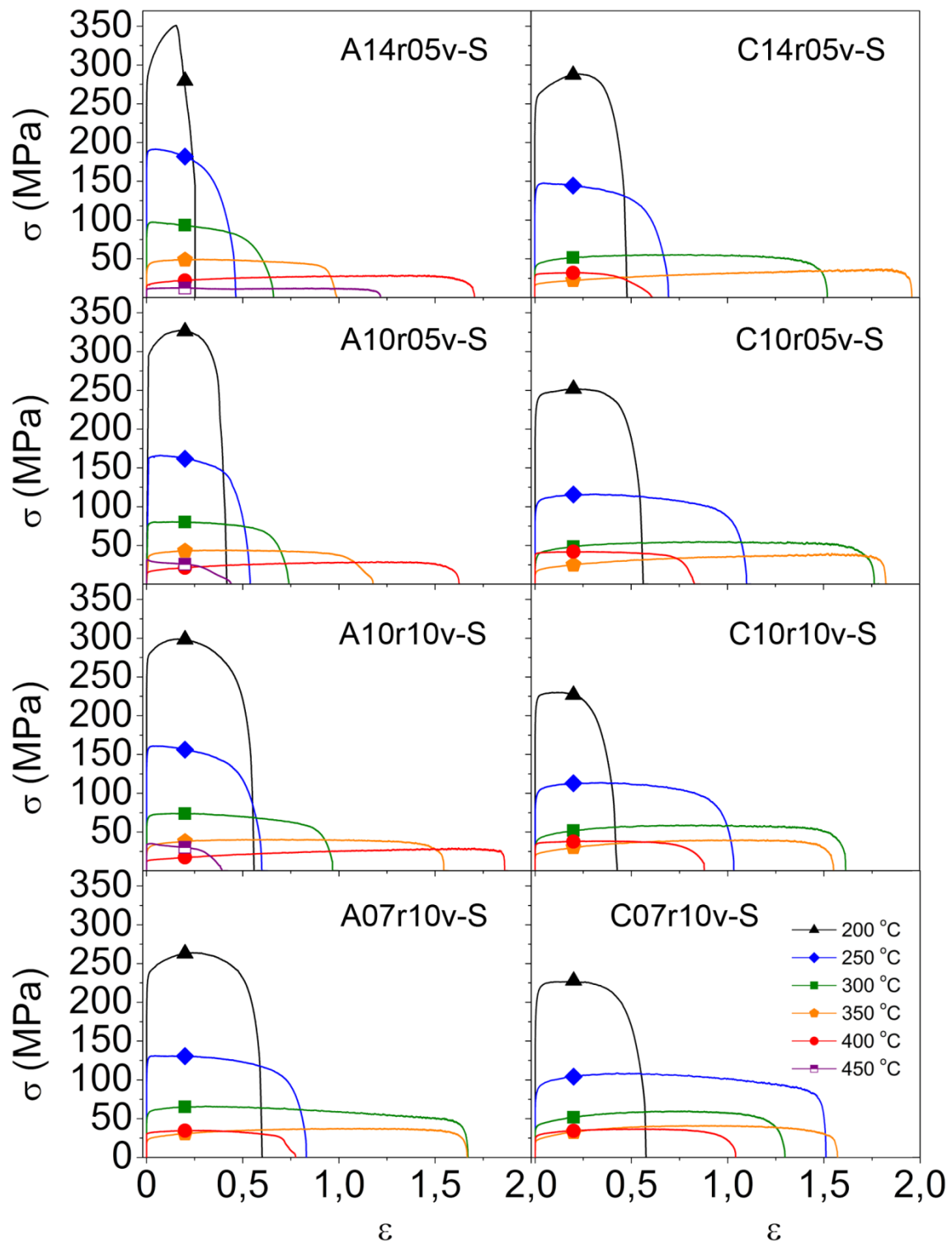


Figura 4.40. Curvas de tracción a velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} y diferentes temperaturas de ensayo de la aleación 7075-S procesada por FSP.

Tabla 4.8. Límite elástico ($\sigma_{0.2}$), resistencia máxima (σ_{\max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_f) a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 7075-O procesada por FSP y ensayada en tracción a 10^{-2} s^{-1} .

	T (°C)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	e_u (%)	e_f (%)
A14r05v-O	200	284	350	17	36
	250	169	184	8	70
	300	85	97	3	151
	350	32	49	31	257
	400	13	27	333	465
	450	11	12	7	110
A10r05v-O	200	282	321	17	50
	250	168	183	7	70
	300	84	97	3	140
	350	37	48	34	207
	400	14	28	236	416
	450	10	12	165	224
A10r10v-O	200	246	283	21	74
	250	128	141	10	84
	300	57	69	29	177
	350	21	38	122	353
	400	17	29	166	243
A07r10v-O	200	81	97	30	78
	250	40	48	28	122
	300	40	60	68	285
	350	15	37	306	451
	400	45	46	7	118
C14r05v-O	200	227	277	26	65
	250	106	135	16	119
	300	37	62	55	302
	350	18	39	435	551
	400	28	32	25	77
C10r05v-O	200	193	238	24	95
	250	80	111	45	243
	300	29	55	189	546
	350	16	38	410	547
	400	39	44	18	73
C10r10v-O	200	184	222	21	88
	250	79	110	40	202
	300	29	58	152	401
	350	16	37	199	395
	400	32	36	39	126
C07r10v-O	200	68	84	10	50
	250	29	43	60	190
	300	13	23	109	270
	350	4	15	116	203
	400	12	16	47	138

Tabla 4.9. Límite elástico ($\sigma_{0.2}$), resistencia máxima (σ_{\max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_f) a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 7075-T6 procesada por FSP y ensayada en tracción a 10^{-2} s^{-1} .

	T (°C)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	e_u (%)	e_f (%)
A14r05v-T6	200	279	349	14	35
	250	177	201	5	42
	300	76	86	6	94
	350	34	47	36	201
	400	17	29	310	443
	450	12	11	175	249
A10r05v-T6	200	258	296	17	51
	250	142	155	7	74
	300	67	76	17	143
	350	32	43	58	201
	400	10	28	368	511
	450	34	34	0	47
A10r10v-T6	200	261	297	16	49
	250	131	147	4	81
	300	54	71	17	271
	350	24	39	125	386
	400	18	27	63	132
	450	18	27	63	132
A07r10v-T6	200	245	283	25	66
	250	119	137	5	151
	300	47	66	23	221
	350	17	37	431	542
	400	32	34	20	102
	450	32	34	20	102
C14r05v-T6	200	218	261	23	70
	250	95	116	25	194
	300	39	60	53	459
	350	14	36	363	453
	400	30	33	9	59
	450	30	33	9	59
C10r05v-T6	200	209	252	20	114
	250	95	118	29	271
	300	31	56	111	449
	350	16	37	361	507
	400	40	41	5	74
	450	27	30	3	58
C10r10v-T6	200	225	258	18	86
	250	109	129	7	113
	300	36	58	74	360
	350	19	37	255	360
	400	42	46	11	29
	450	42	46	11	29

Tabla 4.10. Límite elástico ($\sigma_{0.2}$), resistencia máxima (σ_{\max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_f) a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 7075-S procesada por FSP y ensayada en tracción a 10^{-2} s^{-1} .

	T (°C)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	e_u (%)	e_f (%)
A14r05v-S	200	272	351	17	29
	250	180	191	4	59
	300	86	97	3	94
	350	35	49	34	169
	400	15	29	291	541
	450	11	12	130	168
A10r05v-S	200	275	327	19	52
	250	151	166	7	71
	300	68	80	14	70
	350	27	44	53	224
	400	14	29	233	408
	450	30	32	0	56
A10r10v-S	200	257	299	20	75
	250	143	161	5	82
	300	61	74	14	163
	350	23	40	114	369
	400	12	29	406	544
	450	34	35	2	48
A07r10v-S	200	211	264	27	82
	250	113	131	5	130
	300	50	66	36	432
	350	20	37	203	430
	400	31	35	34	117
	450	31	35	34	117
C14r05v-S	200	229	289	26	62
	250	124	148	5	83
	300	36	56	125	357
	350	15	37	540	610
	400	26	32	26	84
C10r05v-S	200	209	252	23	76
	250	91	116	37	200
	300	25	55	175	484
	350	13	39	369	519
	400	38	42	22	129
C10r10v-S	200	197	230	14	53
	250	84	114	41	181
	300	29	59	125	403
	350	19	40	235	372
	400	32	38	39	141
C07r10v-S	200	173	228	21	78
	250	73	109	53	353
	300	36	60	122	266
	350	20	41	141	381
	400	24	37	74	183

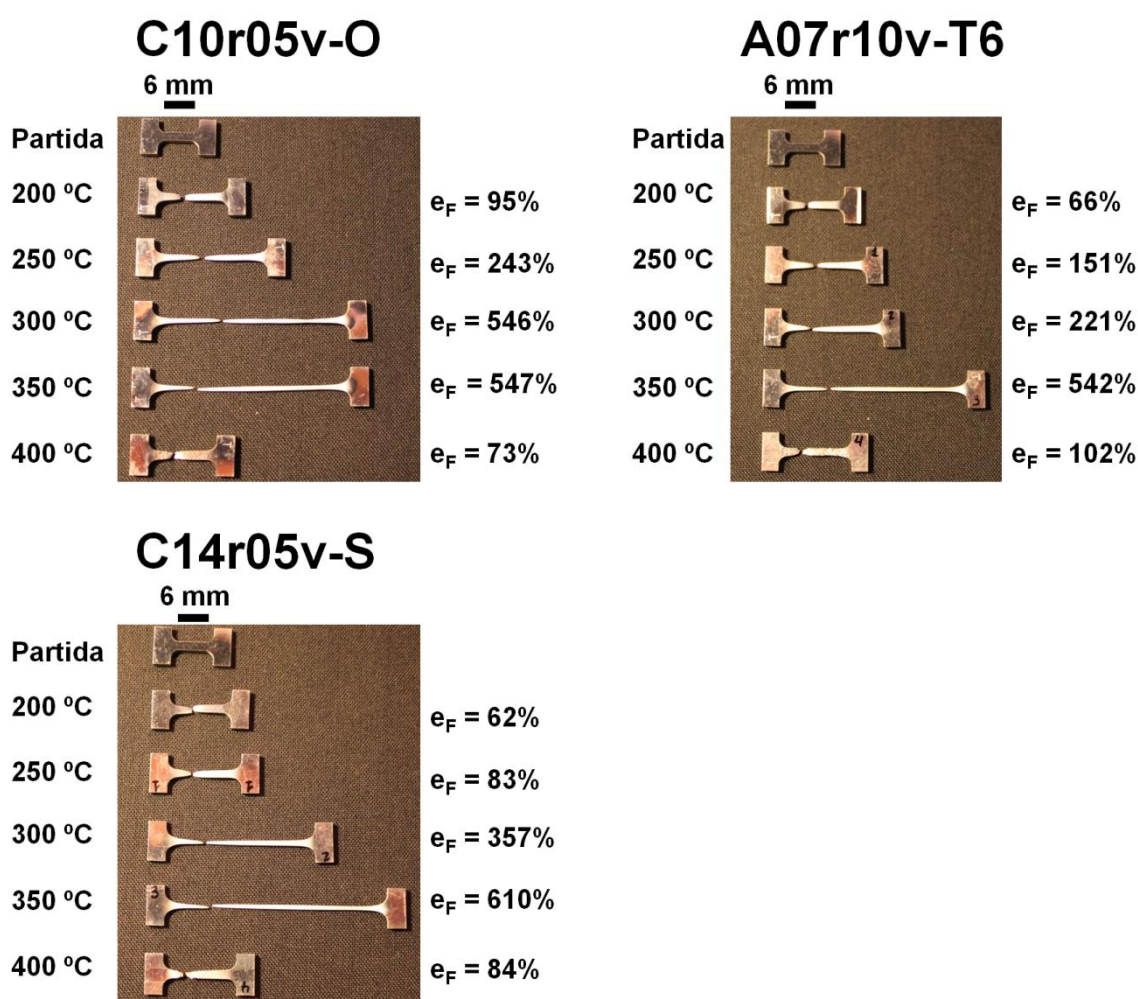


Figura 4.41. Aspecto de las probetas de tracción tras los ensayos a velocidad de deformación inicial 10^{-2} s^{-1} a las distintas temperaturas de ensayo para las condiciones C10r05v-O, A07r10v-T6 y C14r05v-S. Para cada temperatura se acompaña el valor del alargamiento alcanzado (e_F).

4.1.3.2.2.2. Ensayos con cambios en la velocidad de deformación

Para los cordones procesados, al igual que en el apartado 4.1.3.2.1.2 con las aleaciones de partida, se realizaron ensayos de tracción a rotura con cambios en la velocidad de deformación en el rango de temperaturas 200-450 °C.

Los pares $\dot{\epsilon}$ - σ de los cordones procesados de la aleación Al 7075 en los tres estados de precipitación de partida se han representado en las Figuras 4.42-44. En general se observan curvas con distintas formas según la temperatura de ensayo. Para

bajas temperaturas (200 °C) se observan curvas con pendientes de elevado valor que a bajas velocidades de deformación cambian la tendencia y se obtienen menores valores, indicando un posible cambio de mecanismo. A temperaturas intermedias (250-350 °C) se observan curvas sigmoidales, características de la operación del mecanismo de DFG en el rango de velocidades de deformación donde se observa la menor pendiente para dicha temperatura de ensayo. En esta zona, en general, se observa que los valores de σ , a una velocidad de deformación determinada, son menores en las condiciones procesadas sobre el soporte refrigerado que sobre el convencional. Así mismo, para un mismo tipo de soporte, los valores de σ disminuyen más rápidamente al procesar con valores de IC bajos. Por su parte, a las más elevadas temperaturas de ensayo (400-450 °C) se observan curvas que tienden hacia pendientes elevadas y con valores de tensión superiores a las de las temperaturas de ensayo inmediatamente inferiores. Debido a este aumento de tensión, estas curvas se cruzan con las de menores temperaturas, indicando cambios microestructurales y en el mecanismo de deformación. La temperatura correspondiente a cada una de estas curvas es la misma que en las Figuras 4.22-33, y en ambos grupos de figuras se observa claramente el límite de estabilidad microestructural para cada aleación y condición de procesado. Este límite de estabilidad marca el final del intervalo de alargamientos excepcionales observados en las Figuras 4.38-40. Como es de esperar, cuanto más fina y acre sea la microestructura menor será su estabilidad y el cruce se producirá antes. Así en general, procesando sobre el soporte refrigerado, el cruce se produce a 400 °C. En cambio, procesando sobre el soporte convencional, esta temperatura es 400 °C en los menores IC y 450 °C a los mayores, aumentando la estabilidad a mayores IC.

En las Tablas 4.11-13 se muestran los valores de los exponentes de la tensión aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} y los valores de energía de activación aparentes a esas mismas velocidades de deformación y a diferentes temperaturas de ensayo para la aleación Al 7075 en los tres estados de precipitación de partida procesada por FSP, calculados a partir de las expresiones 2.5 y 2.6 respectivamente. Así mismo, se muestra el valor del exponente de la tensión aparente mínimo, n_{ap}^{\min} , para cada temperatura de ensayo, acompañado, entre paréntesis, de la velocidad de deformación a la que fue registrado. En general, a las temperaturas de ensayo más bajas, los valores de $n_{ap}^{10^{-2}}$ son elevados, y disminuyen hacia valores cercanos a 2 al aumentar la temperatura. Por otro

lado, los valores de $n_{ap}^{10^{-4}}$ son en general menores en todas las temperaturas de ensayo y tienden a crecer ligeramente en las temperaturas de ensayo superiores. En cuanto al valor de n_{ap}^{min} se observa como en general al aumentar la temperatura su valor disminuye hacia valores cercanos a 2 y se sitúa en velocidades de deformación cada vez mayores. Se debe indicar que es el exponente n_{ap}^{min} el relevante para la adecuada caracterización mecánica y determinación del mecanismo de deformación operativo. A la temperatura donde se produce el cambio de comportamiento y se cruzan distintas curvas, el valor de n_{ap}^{min} aumenta y se sitúa a $\dot{\epsilon}$ menores. En cuanto a la energía de activación para la deformación a alta temperatura, los valores de $Q_{ap}^{10^{-2}}$ son elevados a las menores temperaturas de ensayo y disminuyen hacia $Q_R = 142$ kJ/mol al aumentar la temperatura, mientras que los valores de $Q_{ap}^{10^{-4}}$ son en general cercanos a Q_R . Sin embargo, a la temperatura en la que se produce el cambio de comportamiento con el cruce de curvas se observan valores de Q_{ap} muy bajos o incluso negativos, que carecen de significado físico y sólo indican que se ha producido un cambio de mecanismo de deformación a esas temperaturas.

Los resultados obtenidos de los diferentes procesados, microestructuras y propiedades mecánicas serán analizados y discutidos en su conjunto en el apartado de discusión con el fin de obtener la relación procesado - microestructura - propiedades mecánicas, así como la determinación de los mecanismos de deformación operativos en el rango de temperaturas estudiado.

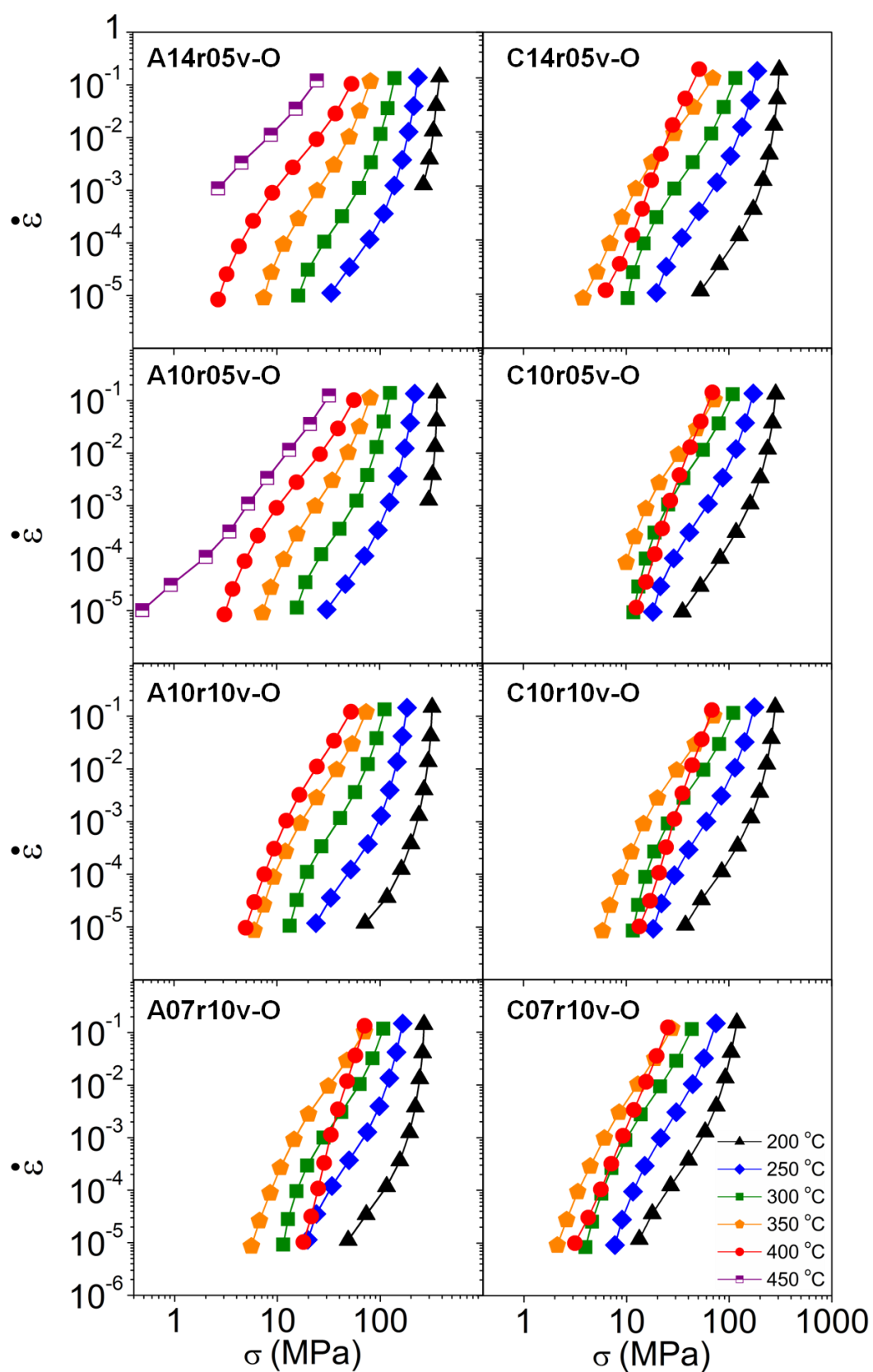


Figura 4.42. Representación en doble escala logarítmica de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación 7075-O procesada por FSP.

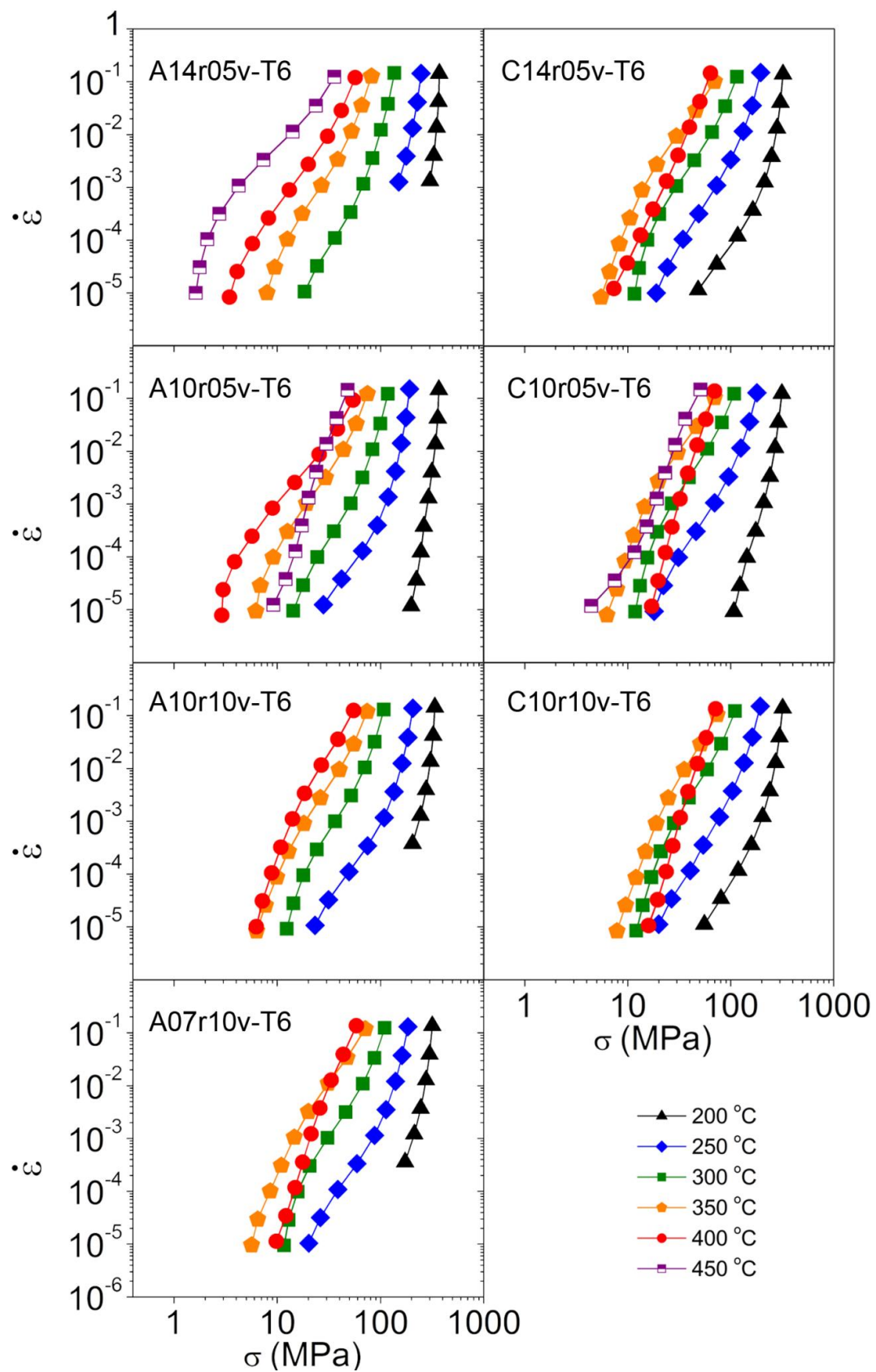


Figura 4.43. Representación en doble escala logarítmica de los pares ϵ - σ a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación 7075-T6 procesada por FSP.

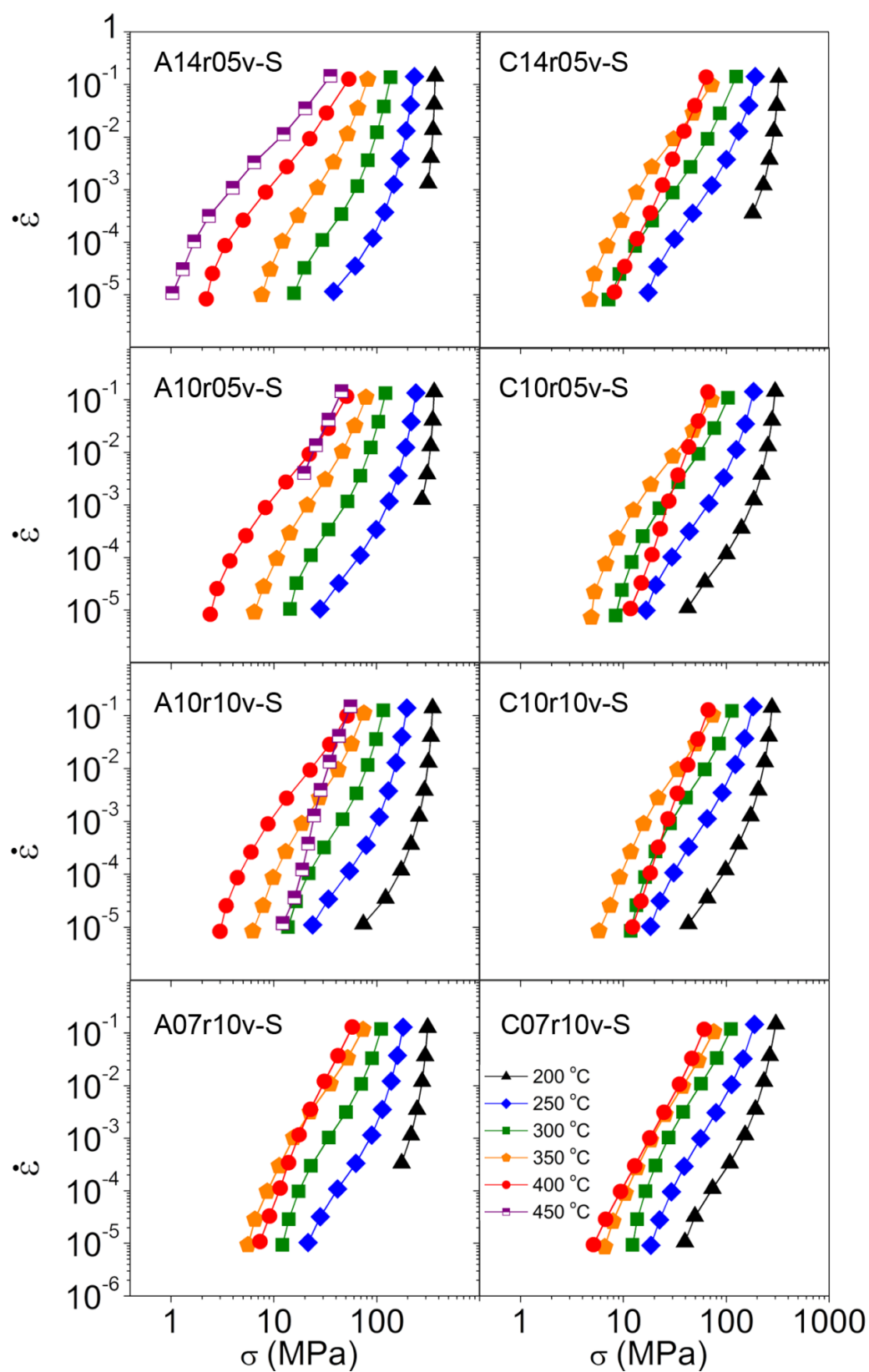


Figura 4.44. Representación en doble escala logarítmica de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación 7075-S procesada por FSP.

Tabla 4.11. Exponentes de la tensión aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} y mínimos y energías de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} a diferentes temperaturas de ensayo para la aleación Al 7075-O procesada por FSP. Al lado de cada valor de $n_{\text{ap}}^{\text{min}}$ se muestra, entre paréntesis, la velocidad de deformación a la que fue registrado.

Condición	T (°C)	$n_{\text{ap}}^{10^{-2}}$	$n_{\text{ap}}^{10^{-4}}$	$n_{\text{ap}}^{\text{min}}$	$Q_{\text{ap}}^{10^{-2}} \text{ (kJ/mol)}$	$Q_{\text{ap}}^{10^{-4}} \text{ (kJ/mol)}$
A14r05v-O	200	15,5	-	$8,2 (10^{-3} \text{ s}^{-1})$	330	-
	250	9,2	3,0	$2,7 (3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1})$	230	148
	300	6,3	3,1	$3,0 (3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	212	154
	350	4,1	3,8	$2,9 (10^{-3} \text{ s}^{-1})$	174	223
	400	2,5	3,9	$2,4 (3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	151	259
	450	1,9	-	$1,9 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	150	-
A10r05v-O	200	25,7	-	$13,2 (10^{-3} \text{ s}^{-1})$	686	-
	250	8,4	3,2	$2,7 (10^{-5} \text{ s}^{-1})$	236	148
	300	6,4	3,1	$2,9 (3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	206	143
	350	3,8	4,0	$2,9 (10^{-3} \text{ s}^{-1})$	143	207
	400	2,5	4,1	$2,4 (3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	115	253
	450	2,5	1,8	$2,4 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	126	116
A10r10v-O	200	15,5	4,3	$2,3 (10^{-5} \text{ s}^{-1})$	423	196
	250	8,3	2,8	$2,8 (10^{-4} \text{ s}^{-1})$	239	130
	300	4,9	4,2	$3,1 (10^{-3} \text{ s}^{-1})$	167	190
	350	2,9	4,8	$2,9 (3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	100	136
	400	3,1	5,3	$3,1 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	84	57
	450	2,5	1,8	$2,4 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	126	116
A07r10v-O	200	14,3	3,1	$2,7 (3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1})$	382	152
	250	6,1	3,2	$3,0 (3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	176	143
	300	3,3	5,4	$2,9 (3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	117	191
	350	2,7	5,0	$2,7 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	21	-82
	400	6,1	8,1	$6,1 (3 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1})$	-192	-626
	450	2,5	1,8	$2,4 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	126	116
C14r05v-O	200	13,0	3,1	$2,6 (10^{-5} \text{ s}^{-1})$	367	160
	250	5,3	3,2	$3,1 (3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	159	149
	300	3,4	4,4	$2,8 (3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	131	184
	350	2,5	4,2	$2,5 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	64	27
	400	4,3	4,7	$4,0 (3 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1})$	-6	-181
	450	2,5	1,8	$2,4 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	126	116
C10r05v-O	200	8,7	2,9	$2,8 (3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1})$	243	122
	250	4,8	3,6	$3,1 (3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	148	131
	300	3,1	6,5	$3,1 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	101	176
	350	2,8	6,1	$2,8 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	20	-51
	400	4,9	6,5	$4,8 (3 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1})$	-108	-313
	450	2,5	1,8	$2,4 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	126	116
C10r10v-O	200	8,9	2,9	$2,9 (3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1})$	250	122
	250	4,5	3,8	$3,3 (3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	136	143
	300	3,0	6,4	$2,9 (3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	99	196
	350	2,8	4,9	$2,8 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	17	-56
	400	5,4	6,5	$5,4 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	-150	-410
	450	2,5	1,8	$2,4 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	126	116
C07r10v-O	200	7,0	2,9	$3,1 (3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	202	96
	250	3,8	4,6	$3,3 (10^{-3} \text{ s}^{-1})$	118	154
	300	3,0	5,4	$2,9 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	93	169
	350	2,9	4,4	$2,9 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	23	-7
	400	4,6	4,5	$6,6 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	-75	-180
	450	2,5	1,8	$2,4 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	126	116

Tabla 4.12. Exponentes de la tensión aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} y mínimos y energías de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} a diferentes temperaturas de ensayo para la aleación Al 7075-T6 procesada por FSP. Al lado de cada valor de n_{ap}^{\min} se muestra, entre paréntesis, la velocidad de deformación a la que fue registrado.

Condición	T (°C)	$n_{ap}^{10^{-2}}$	$n_{ap}^{10^{-4}}$	n_{ap}^{\min}	$Q_{ap}^{10^{-2}}$ (kJ/mol)	$Q_{ap}^{10^{-4}}$ (kJ/mol)
A14r05v-T6	200	21,8	-	$13,2 (10^{-3} \text{ s}^{-1})$	454	-
	250	9,4	-	$6,9 (10^{-3} \text{ s}^{-1})$	247	-
	300	6,9	3,2	$3,2 (10^{-4} \text{ s}^{-1})$	238	192
	350	4,4	3,4	$2,9 (10^{-3} \text{ s}^{-1})$	155	191
	400	3,2	3,1	$2,6 (10^{-3} \text{ s}^{-1})$	143	194
	450	2,0	4,1	$1,9 (10^{-3} \text{ s}^{-1})$	118	320
A10r05v-T6	200	17,6	14,1	$11,0 (3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1})$	529	733
	250	10,1	2,9	$2,68 (3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1})$	303	147
	300	5,8	3,4	$3,2 (3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	192	175
	350	3,4	3,9	$2,7 (10^{-3} \text{ s}^{-1})$	121	219
	400	2,5	3,5	$2,2 (3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	28	-72
	450	5,2	6,4	$4,1 (10^{-5} \text{ s}^{-1})$	-92	-734
A10r10v-T6	200	14,4	-	$7,8 (10^{-3} \text{ s}^{-1})$	356	-
	250	7,6	2,7	$2,7 (10^{-4} \text{ s}^{-1})$	235	133
	300	4,4	3,7	$3,1 (10^{-3} \text{ s}^{-1})$	160	155
	350	3,2	4,3	$2,9 (3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	90	88
	400	3,2	5,5	$3,2 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	79	27
A07r10v-T6	200	11,8	-	$6 (3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	316	-
	250	6,5	2,9	$2,8 (3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	197	123
	300	3,6	4,9	$2,9 (10^{-3} \text{ s}^{-1})$	140	192
	350	2,7	4,5	$2,7 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	55	1
	400	4,6	6,2	$4,2 (3 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1})$	-38	-261
C14r05v-T6	200	12,1	3,3	$2,6 (3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1})$	358	163
	250	4,9	3,2	$3,1 (3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	152	140
	300	3,4	4,3	$2,9 (3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	131	156
	350	2,7	4,8	$2,7 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	38	15
	400	4,8	4,1	$3,7 (3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1})$	-113	-148
C10r05v-T6	200	12,3	6,7	$6,3 (3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	371	411
	250	5,1	3,2	$2,9 (3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	167	158
	300	3,3	6,1	$3,0 (3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	118	186
	350	2,8	6,2	$2,8 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	17	-89
	400	5,8	7,5	$5,8 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	-211	-498
C10r10v-T6	200	10,8	3,8	$3,0 (10^{-5} \text{ s}^{-1})$	298	164
	250	5,2	3,8	$3,6 (3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	171	161
	300	3,2	5,3	$3,1 (3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	112	165
	350	3,2	5,4	$3,2 (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	16	-68
	400	5,8	7,6	$5,5 (10^{-5} \text{ s}^{-1})$	-144	-392

Tabla 4.13. Exponentes de la tensión aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} y mínimos y energías de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} a diferentes temperaturas de ensayo para la aleación Al 7075-S procesada por FSP. Al lado de cada valor de n_{ap}^{\min} se muestra, entre paréntesis, la velocidad de deformación a la que fue registrado.

Condición	T (°C)	$n_{ap}^{10^{-2}}$	$n_{ap}^{10^{-4}}$	n_{ap}^{\min}	$Q_{ap}^{10^{-2}}$ (kJ/mol)	$Q_{ap}^{10^{-4}}$ (kJ/mol)
A14r05v-S	200	30,9	-	17,8 (10^{-3} s^{-1})	725	-
	250	10,2	4,2	2,3 (10^{-5} s^{-1})	270	228
	300	6,5	2,7	2,7 (10^{-4} s^{-1})	218	140
	350	4,3	3,2	2,9 (10^{-3} s^{-1})	195	212
	400	2,6	2,7	2,4 ($3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)	132	193
	450	2,0	3,4	2,1 (10^{-2} s^{-1})	88	175
A10r05v-S	200	18,0	-	10,1 (10^{-3} s^{-1})	389	-
	250	8,0	2,8	2,6 ($3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)	227	149
	300	5,8	3,2	2,9 ($3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)	211	158
	350	3,5	4,0	2,9 (10^{-3} s^{-1})	146	221
	400	2,5	3,6	2,4 ($3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)	47	247
	450	4,3	-	4,1 ($3 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$)	-73	-
A10r10v-S	200	16,0	4,1	2,2 (10^{-5} s^{-1})	456	189
	250	7,8	2,8	2,8 ($3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)	225	125
	300	5,3	3,7	3,0 ($3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)	176	165
	350	3,2	4,6	2,9 ($3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)	125	222
	400	2,4	4,2	2,4 (10^{-2} s^{-1})	11	-109
	450	5,7	7,6	4,3 (10^{-5} s^{-1})	-227	-927
A07r10v-S	200	13,0	-	5,9 ($3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)	351	-
	250	6,9	2,9	2,9 (10^{-4} s^{-1})	200	122
	300	4,0	4,7	2,9 (10^{-3} s^{-1})	140	191
	350	2,8	4,3	2,3 (10^{-2} s^{-1})	67	48
	400	3,8	5,5	3,8 ($3 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$)	22	-130
C14r05v-S	200	14,2	-	5,1 ($3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)	442	-
	250	4,7	2,8	2,7 (10^{-4} s^{-1})	150	116
	300	3,5	3,0	2,7 (10^{-3} s^{-1})	133	115
	350	2,5	3,5	2,5 (10^{-2} s^{-1})	38	-10
	400	4,7	3,8	3,8 (10^{-4} s^{-1})	-93	-190
C10r05v-S	200	10,1	2,9	2,7 ($3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)	280	140
	250	4,8	3,1	2,8 ($3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)	160	145
	300	2,9	5,0	2,7 ($3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)	107	192
	350	2,5	4,6	2,5 (10^{-2} s^{-1})	13	-74
	400	5,2	5,6	5,2 (10^{-2} s^{-1})	-147	-421
C10r10v-S	200	9,9	3,3	2,6 (10^{-5} s^{-1})	255	154
	250	4,7	3,7	3,1 ($3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)	134	144
	300	3,2	5,5	3,0 ($3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)	104	168
	350	2,8	5,0	2,7 (10^{-2} s^{-1})	28	-27
	400	5,2	6,1	5,1 (10^{-2} s^{-1})	-97	-310
C07r10v-S	200	7,3	2,9	2,9 (10^{-4} s^{-1})	207	109
	250	3,9	4,2	3,2 (10^{-3} s^{-1})	117	137
	300	3,1	5,7	3,1 (10^{-2} s^{-1})	87	148
	350	3,2	4,3	3,1 (10^{-2} s^{-1})	41	68
	400	3,8	3,6	3,5 ($3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)	6	15

4.2. DISCUSIÓN AL 7075.

4.2.1. Aspecto macroscópico del procesado por FSP

En los procesos termomecánicos la mayor parte del trabajo aplicado se transforma en calor, mientras que sólo una parte queda retenido en el material como aumento de la energía interna, mediante la formación de dislocaciones, celdas de dislocaciones y/o (sub)granos [171]. Precisamente el objetivo de la presente Tesis consiste en mejorar las propiedades mecánicas de las aleaciones afinando la microestructura al máximo. Para ello es necesario, en general, aplicar una deformación severa que reduzca fuertemente el tamaño de grano y lo desoriente para obtener, además, fronteras de alto ángulo, como se discutirá más adelante. Una de las hipótesis principales de esta tesis es la de que reduciendo el índice calorífico (IC) se obtiene una deformación más severa llevando a un mayor afino de grano. Asimismo, se espera que el tamaño de grano final sea menor cuanto menor sea la temperatura del material durante el procesado. Partiendo de estas premisas para la obtención de grano ultrafino mediante el procesado por FSP se ha intentado reducir al máximo el IC y se ha procesado sobre un novedoso soporte refrigerado con nitrógeno líquido. Los datos experimentales obtenidos se han situado dentro de unos límites dados por el conjunto material-herramienta como se verá a continuación. Cuando el procesado por FSP se realiza en condiciones tan frías que la acritud impuesta al material es muy elevada, la carga necesaria para realizar la deformación puede llegar a ser superior a la capacidad máxima de carga soportada por la herramienta. En este caso, la herramienta se ve forzada a romperse aliviando las grandes tensiones impuestas, tal como ocurrió en la condición A05v10r-O (Figura 4.1) y C07r10v-T6. Estas condiciones, con el valor de IC menor considerado en la presente investigación, marcaron el límite inferior de procesado.

Por otro lado, aún en el caso de tener una herramienta más resistente, el valor límite de IC y de refrigeración vienen dados también por el acabado de los cordones procesados, concretamente por las rebabas formadas a los lados del cordón. Así se ha observado en la Figura 4.3 que aquellos cordones procesados sobre el soporte refrigerado producen una mayor cantidad de rebaba, sobre todo en el lado de retroceso, que en el soporte convencional bajo las mismas condiciones. La gran velocidad de

enfriamiento que proporciona el soporte refrigerado disminuye el tiempo en el que el material se encuentra a elevada temperatura, dificultando la reinserción del mismo.

Las condiciones de procesado no sólo determinan la aparición o no de rebabas, sino que también determinan el acabado superficial. Así, para cada par de condiciones ω -V se forma un espaciado entre bandas (P) determinado por la Ecuación 4.4. Esta característica, intrínseca al procesado por FSP, plantea algunas consideraciones a nivel tecnológico sobre la viabilidad del posterior conformado superplástico. Se ha observado en determinadas condiciones la formación de pequeñas heterogeneidades en cuanto a tamaño de (sub)grano y/o orientación cristalográfica a lo largo del cordón [86, 172, 173]. Por otro lado, la unión entre bandas puede no ser óptima por la formación de heterogeneidades entre ellas, sobre todo en las condiciones más frías [174], en las que los procesos de unión en estado sólido se ven más dificultados. En cualquier caso, la importancia relativa que estas posibles irregularidades tengan sobre el material se verá reflejado en las propiedades mecánicas.

4.2.2. Microestructura

4.2.2.1. Influencia de los precipitados

La aleación 7075 presenta principalmente dos tipos de precipitados influyentes en las propiedades del material. Por una parte están los denominados dispersoides, compuestos principalmente de la fase $\text{Al}_{18}\text{Mg}_3\text{Cr}_2$ con presencia sustitucional de Cu, Zn y Mg [169]. Estos precipitados poseen morfologías variables, con tamaños en el rango 100-200 nm y se encuentran distribuidos homogéneamente en todo el material. La presencia de Cr hace que sean relativamente estables y que tan sólo tratamientos térmicos extremos, como el descrito en el apartado 2.1.2 para la preparación del estado 7075-S, consiguen alterar ligeramente su tamaño (Figura 4.5). Su presencia en los materiales de partida se refleja en la Figura 4.5, mientras que en el material procesado se observan en las micrografías MET de las Figuras 4.8-10, donde prácticamente no han sufrido modificación con respecto al estado inicial. Los dispersoides juegan un papel

importante en la fijación de las fronteras, dificultando el crecimiento de grano y proporcionando estabilidad microestructural a elevada temperatura.

Por otro lado se observan los denominados precipitados endurecedores, con tamaños ≤ 50 nm, presentes en la Figura 4.6 para el estado de partida 7075-T6 y en las Figuras 4.11-12 para las tres aleaciones procesadas. Están formados principalmente por la fase MgZn_2 (fase η) y en mucha menor medida por la fase CuMgAl_2 . Estos precipitados son el producto de la precipitación de la solución sólida en el tratamiento de envejecimiento artificial en el caso de la aleación 7075-T6 de partida [16] y por la sucesión de ciclos de disolución/precipitación durante el procesado termomecánico en las aleaciones procesadas por FSP. La precipitación se produce por la inestabilidad a temperatura que presenta la solución sólida Al-Zn en el diagrama de fases [175]. Además esta precipitación sucede de manera fina y homogénea en todo el volumen de material [176]. La secuencia de precipitación se muestra a continuación:



La fase η' es metaestable y semicoherente con la matriz, pero transforma rápidamente a la fase estable e incoherente η , que es efectiva en dificultar el movimiento de las dislocaciones [177]. Sin embargo, la fase η puede ser puesta de nuevo en solución sólida al elevar la temperatura. Experimentos de calorimetría diferencial de barrido indican que la temperatura a la que comienza la solubilización de la fase η es de 260-271 °C [178]. Las temperaturas del procesado por FSP en la aleación 7075 reportadas por la literatura se encuentran siempre claramente por encima de 400 °C [17, 179]. Por tanto, teniendo en cuenta estos valores de temperatura, así como las grandes deformaciones a las que la aleación es sometida, la disolución parcial o total de estos precipitados tiene lugar durante el procesado por FSP. Posteriormente tendrá lugar una precipitación en mayor o menor medida según el estado de precipitación inicial, microestructura y condiciones de enfriamiento [179].

La influencia de los precipitados endurecedores sobre las propiedades mecánicas del material se limita a bajas temperaturas, donde son estables térmicamente. Así, las medidas de dureza realizadas mediante ultramicroindentación instrumentada a T_{amb} muestran el estado de estos precipitados antes y después del procesado por FSP. La dureza es una propiedad mecánica que está relacionada con la resistencia del material a

la deformación plástica. Por tanto, todos aquellos factores que dificulten el movimiento de las dislocaciones influyen en la dureza del material. Estos factores son: distancia entre partículas (λ_p), tamaño de grano (L), tamaño de subgrano (λ_{sg}), densidad de dislocaciones (ρ), presencia de elementos en solución sólida ($c_s^{1/2}$) y textura (text), que afecta al factor de Schmid. La dureza (H) por tanto se puede expresar en función de estos factores según:

$$H = H\left(\frac{1}{\lambda_p}, \frac{1}{L^{1/2}}, \frac{1}{\lambda_{sg}}, \rho^{1/2}, c_s^{1/2}, \text{text}\right) \quad (4.6)$$

Los valores de dureza de las aleaciones de partida, mostrados en la Tabla 4.5, revelan una gran diferencia entre ellas. Estos valores están relacionados con el estado de los precipitados y su influencia se refleja primeramente en la conformabilidad de la aleación. Así, durante el procesado no se produjeron problemas en las aleaciones 7075-O y 7075-S. En el primer caso, los precipitados son gruesos y encuentran a la mayor distancia posible, haciendo de este estado el de menor dureza. En el caso de 7075-S una gran fracción de los elementos formadores de los precipitados endurecedores se encuentran en solución sólida, con lo que la fracción en volumen de precipitados es la menor (sólo los no tratables térmicamente) y su distancia grande. No obstante, la presencia de solución sólida también aumenta la dureza y así se refleja al poseer mayores valores que el estado 7075-O. Sin embargo, la aleación 7075-T6 no pudo ser conformada en la condición C07r10v, la más severa de las estudiadas, debido a la gran dureza inicial de la aleación en este estado, atribuida a la presencia de precipitados finos y distribuidos homogéneamente a la menor distancia posible, en torno a 40-100 nm, mucho menor que el tamaño de (sub)grano [16].

Tras el procesado por FSP, en aleaciones tratables térmicamente, tales como la aleación Al 7075, la temperatura y deformación alcanzadas durante el procesado generan distintas zonas en el material, caracterizadas por diferencias microestructurales. La formación de nuevas fronteras de (sub)grano así como las diferentes etapas en el ciclo térmico de precipitación/disolución que se alcanzan en las distintas regiones procesadas producen perfiles con diferencias en los valores de dureza. En la Figura 4.34 se observa cómo la zona batida (SZ) alcanza en general, para el estado 7075-O, mayores valores de dureza que las del material base y que un gradiente entre ambas zonas caracteriza la zona termomecánicamente afectada (TMAZ), siendo de mayor extensión

en la condición A14r05v-O que en la C07r10v-O. Así, la zona afectada térmicamente (HAZ) observada en 7075-O (Figura 4.33) es muy estrecha, ya que los precipitados iniciales, muy engrosados y térmicamente estables de partida, apenas se ven afectados por el calor a pequeña distancia de la SZ. La dureza aumenta en una zona algo más grande al utilizar el soporte convencional (A), lo cual está relacionado con la mayor temperatura alcanzada en este caso que ayuda a disolver parte de los precipitados endurecedores. Este soluto generado precipitará posteriormente durante el enfriamiento (más lento en el soporte convencional) aumentando la dureza respecto del soporte refrigerado.

En la Figura 4.35 se observan diferencias en los valores de dureza y su distribución al comparar los tres estados de precipitación de partida procesados en la condición 10r10v para cada uno de los soportes. En las aleaciones 7075-S y 7075-T6, el proceso de disolución/precipitación/crecimiento se sucede con mayor facilidad que en el estado sobreenviejado, que tiene los precipitados mayores y más estables térmicamente. En el caso de la aleación en estado 7075-T6, la microestructura inicial está caracterizada por la presencia de finos precipitados distribuidos homogéneamente a una distancia tal que proporciona a la aleación el estado de máxima dureza posible (Figura 4.6). Por tanto, el aumento de temperatura que el procesado genera junto con la elevada deformación producen el engrosamiento y disolución parcial de los precipitados presentes, que reprecipitan tras el procesado por envejecimiento posterior. Esta reprecipitación no es igual de eficaz que la acaecida en el envejecimiento artificial durante el tratamiento T6 y la distancia entre precipitados es algo mayor, disminuyendo la dureza con respecto al estado inicial. Por tanto, el balance global para la aleación 7075-T6 tras el procesado por FSP es el de una pequeña disminución de la dureza en SZ y TMAZ, así como la generación de una HAZ muy ancha, donde se produce el engrosamiento de los precipitados. Por otro lado, en el procesado de la aleación en estado 7075-S, donde se tiene una gran fracción de elementos en solución sólida, se produce una precipitación homogénea, sobre todo inmediatamente tras el paso de la herramienta y que prosigue tras el procesado, tanto en SZ como en TMAZ y HAZ que hace que la dureza en estas zonas aumente.

Efectivamente, las Figuras 4.34 y 4.35 muestran que los valores de dureza en las tres aleaciones estudiadas varían menos respecto a su valor de partida si han sido procesadas con refrigeración. Por el contrario, al procesar en condiciones convencionales, la

aleación 7075-O aumenta más su dureza en una zona más amplia, seguida por la 7075-S, para ver reducido su valor en la 7075-T6, también en una zona más amplia que bajo condiciones refrigeradas. Todo ello apunta a una gran influencia de un mayor tiempo a temperatura a la que se ve sometida cada aleación. Dado que las dislocaciones y (sub)granos sólo pueden contribuir disminuyendo la dureza con el tiempo y temperatura, queda como único factor determinante del cambio de dureza la evolución de los precipitados. Durante el procesado por FSP, dada la intensa deformación plástica a elevada temperatura, parte de los precipitados endurecedores son disueltos, puestos en solución sólida (7075-O), y parte de ellos engrosados (7075-T6). La posterior precipitación fina proveniente de la solución sólida, durante el enfriamiento, aumentará la dureza (7075-S y 7075-O), y, por el contrario, el engrosamiento de los precipitados la disminuirá (7075-T6).

En la Figura 4.45 se muestra un cuadro resumen para una mejor comprensión de la influencia de los precipitados endurecedores en la dureza de los materiales de partida así como tras el procesado por FSP.

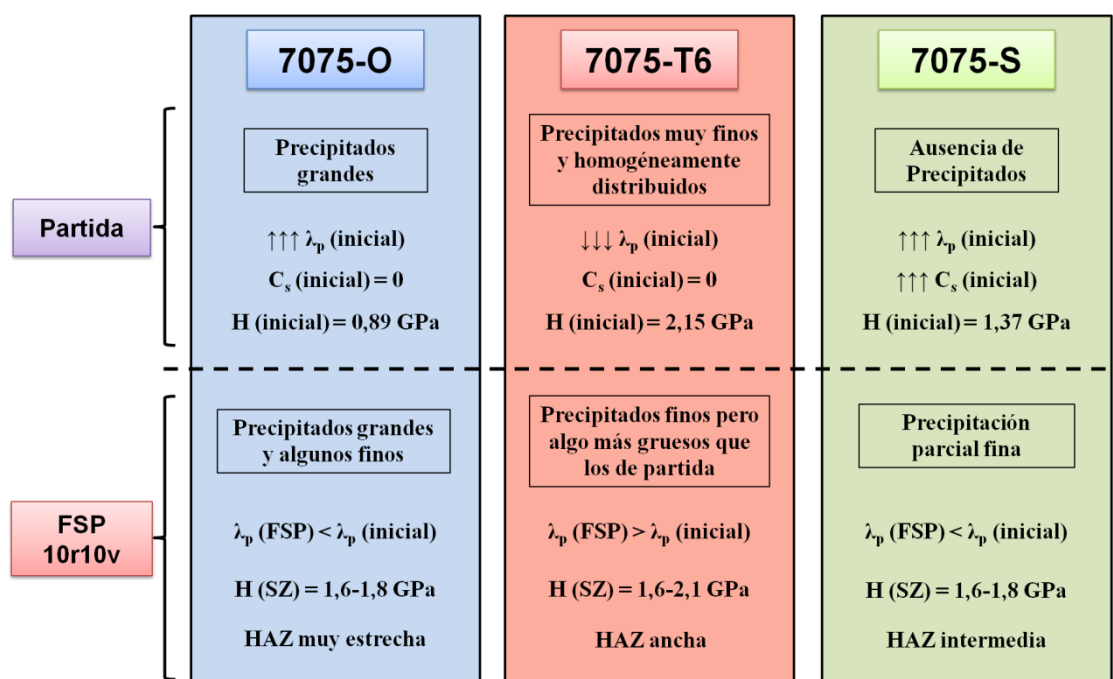


Figura 4.45. Esquema de la influencia de los precipitados endurecedores en la dureza de los tres materiales estudiados en sus estados de partida y tras el procesado por FSP.

4.2.2.2. Tamaño de (sub)grano y desorientación

En la Figura 4.46 se muestran los tamaños de grano, medidos como diámetro equivalente de Feret (D_F), obtenidos mediante el análisis de imagen de micrografías MET en los tres materiales procesados por FSP (Tabla 4.3). Para los tres materiales el tamaño de grano disminuye al disminuir el valor del IC. Así mismo, para una misma condición de procesado se obtiene un menor tamaño de grano al procesar sobre el soporte refrigerado. Tanto una disminución de IC como las menores temperaturas impuestas en el soporte refrigerado suponen un aumento de la tensión de procesado, es decir una mayor severidad, que genera un mayor afino de grano, corroborado en la Figura 4.46. Los tres materiales presentan tamaños de grano similares para cada IC y soporte empleados.

Por otro lado, en la presente investigación se ha medido el tamaño de (sub)grano y la desorientación de las fronteras con distintas técnicas de caracterización microestructural. Se ha tenido especial consideración en el caso de la aleación 7075-O procesada por FSP sobre los dos tipos de soportes, ya que muestra con más claridad el efecto del procesado en su microestructura y propiedades mecánicas, por poseer la microestructura inicial más grosera, es decir, ausencia de solución sólida, gran tamaño de grano y precipitados endurecedores deliberadamente engrosados.

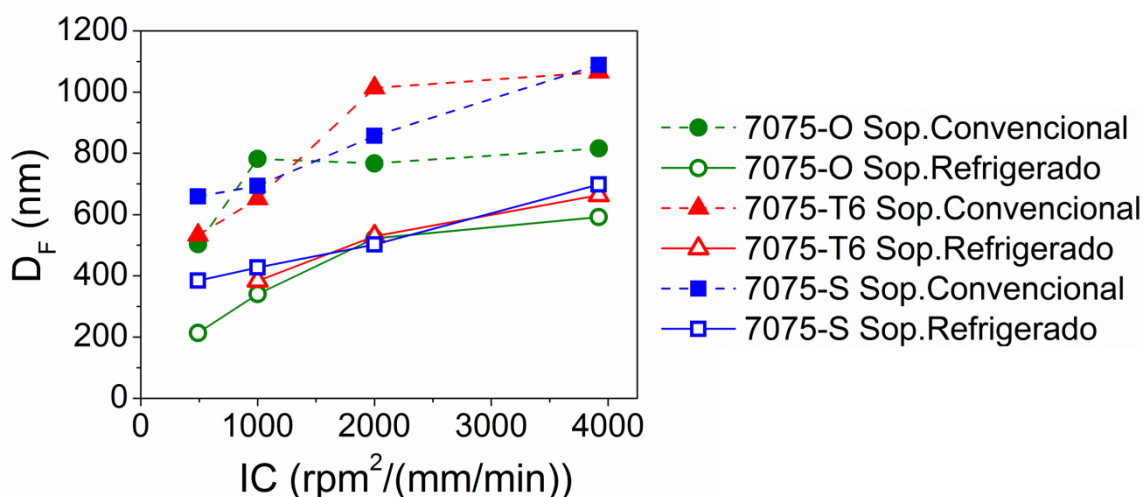


Figura 4.46. Representación del diámetro de Feret obtenido mediante el análisis de micrografías MET frente al IC en las tres aleaciones procesadas por FSP.

En la Figura 4.47.a se muestran las medidas del diámetro de Feret (D_F) en función del IC utilizando MET, EBSD y ACOM-MET. Los datos tanto de EBSD como de ACOM-MET confirman las tendencias observadas por MET, donde al disminuir el valor de IC se produce una disminución del tamaño de (sub)grano. Así mismo, para un mismo valor de IC el soporte refrigerado produce una disminución significativa del tamaño de grano. Debido a las características intrínsecas de cada una de las técnicas de caracterización, el tamaño de grano medido presenta algunas diferencias. Así, el tamaño de grano medido mediante MET es el de menor valor, seguido por la técnica ACOM-MET y por último EBSD. Para analizar estas diferencias conviene recordar el fundamento físico que soporta cada una de las técnicas. La identificación mediante EBSD está basada en la detección y análisis de los diagramas de Kikuchi. Sucede que cuanto más fina sea la microestructura mayor será la contribución de granos adyacentes en la señal emitida para un determinado haz dificultando su identificación. Asimismo, el procesado por FSP somete al material a elevadísimas deformaciones, por lo que dichos diagramas son, además, débiles, añadiendo dificultad a su determinación, debido a las grandes tensiones internas y la gran densidad de dislocaciones [134]. Por tanto, los tamaños de grano medidos mediante EBSD tienden a estar más sobreestimados cuanto más fina sea la microestructura. En cuanto a la técnica ACOM-MET, la medida del tamaño de grano se aproxima a la proporcionada por MET excepto en las condiciones de mayor tamaño de grano (A10r05v-O y A14r05v-O), donde el tamaño de grano está sobreestimado. Este hecho puede atribuirse a que mediante la técnica ACOM-MET es difícil de detectar algunos de los (sub)granos de muy bajo ángulo, formados dentro de los granos más grandes, que, por el contrario, sí son observables en las micrografías MET [133].

En la Figura 4.47.b se muestran las medidas de la desorientación media (δ) en función del IC utilizando EBSD y ACOM-MET en la aleación 7075-O procesada por FSP sobre los dos tipos de soportes. Al igual que ocurre con el tamaño de (sub)grano en la Figura 4.47.a, ambas técnicas muestran una disminución de la desorientación media en ambos tipos de soporte cuando disminuye el valor de IC, especialmente en el rango inferior de valores de IC. No obstante, para valores de IC elevados, la desorientación tiende a saturar su crecimiento. Por tanto, el uso de condiciones de procesado con IC mayores, para un soporte dado, ni proporciona un beneficio desde el punto de vista de la

disminución del tamaño de grano ni del aumento de la desorientación. Las tendencias mostradas en la Figura 4.47 muestran dos zonas bien diferenciadas para cada tipo de soporte, caracterizadas por las distintas pendientes mostradas para cada tramo. En la zona de bajos IC la variación tanto de D_F como de δ se ve mucho más afectada por la variación de las condiciones de procesado. Por su parte, en la zona de altos valores de IC, donde los valores de D_F y de δ se ven menos afectados por las variaciones de IC y tienden a saturar.

En la Figura 4.48 se han representado los valores de desorientación media (δ) frente al diámetro de Feret (D_F) medidos mediante la técnica ACOM-MET para cada una de las condiciones de procesado por FSP en la aleación Al 7075-O. La línea azul une los puntos correspondientes al procesado sobre el soporte refrigerado, mientras que la línea roja une los puntos correspondientes al soporte convencional.

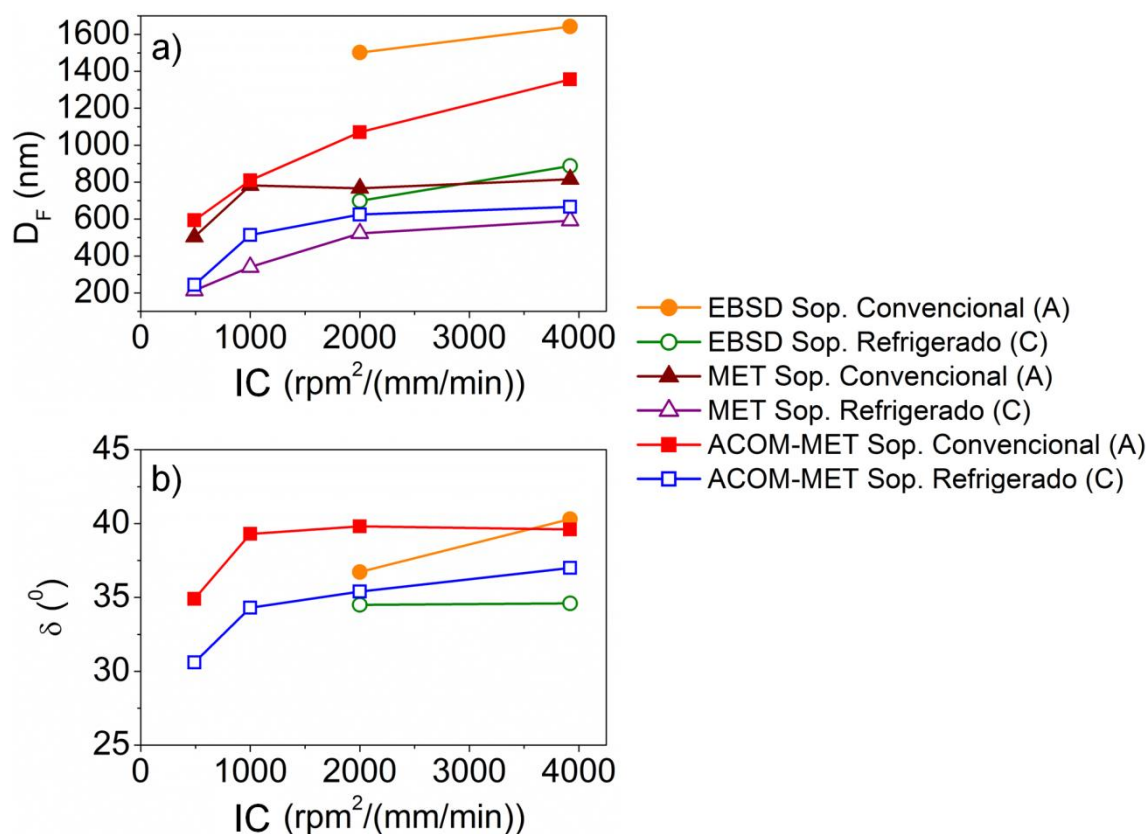


Figura 4.47. Representación frente al IC de a) diámetro de Feret y b) desorientación media obtenidos mediante las diferentes técnicas experimentales utilizadas para la aleación 7075-O procesada por FSP.

Para cada una de los soportes, el valor de IC aumenta en el sentido del eje de D_F (de izquierda a derecha). Se observa una dependencia de la desorientación con el tamaño de grano en el rango de condiciones estudiadas. Además, ambas series de datos solapan en los valores más elevados de IC del soporte refrigerado con los menores valores de IC para el soporte convencional. Se puede decir por tanto que, a efectos de obtener una microestructura similar, se podría procesar tanto en la condición C10r05v como en la A07r10v, ya que producen tamaños de grano similares (~ 600 nm) y una desorientación media asociada en torno al mismo valor ($\sim 35^\circ$). En efecto, tanto las micrografías mostrando la microestructura tras el procesado (Figura 4.8) como después de ensayar (Figuras 4.22-25) y la representación de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ (Figura 4.42) corroboran que ambas condiciones poseen microestructuras y propiedades mecánicas similares.

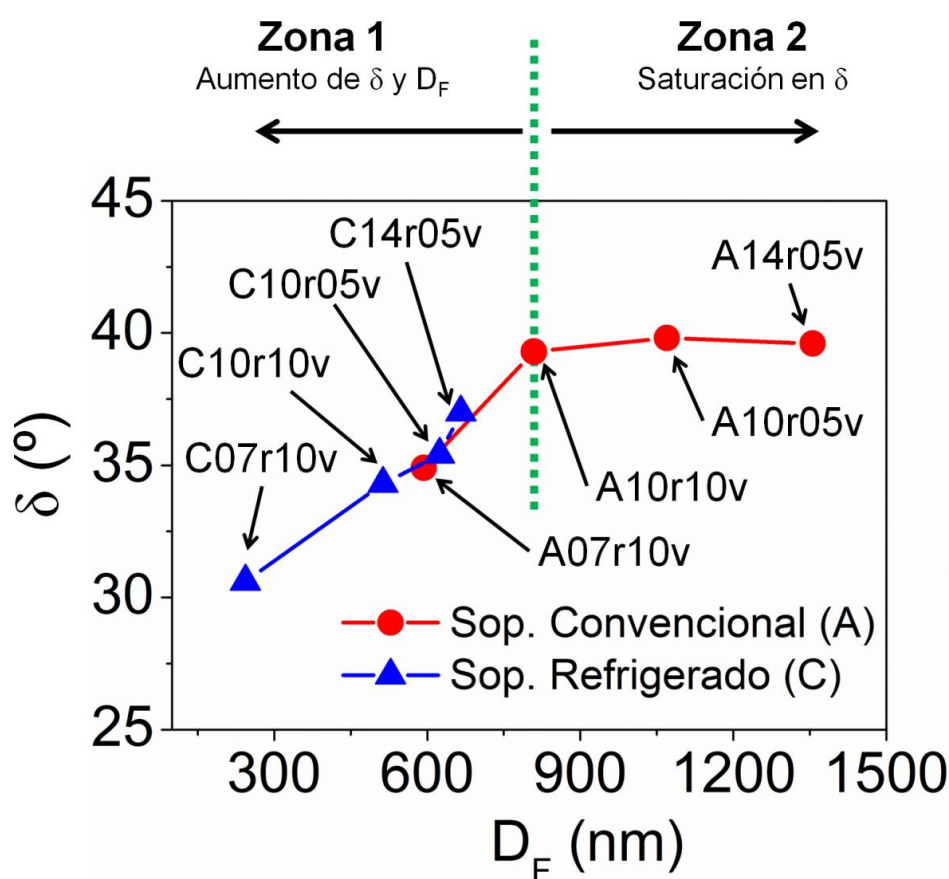


Figura 4.48. Representación de los valores de desorientación media frente al diámetro de Feret obtenidos mediante la técnica ACOM-MET en la aleación 7075-O procesada por FSP.

Tomando toda la curva de la Figura 4.48 se pueden diferenciar dos zonas, al igual que ocurría en la Figura 4.47. Por un lado, una zona donde la desorientación aumenta con el tamaño de grano, comprendida entre las condiciones C07r10v y la A10r10v que se ha denominado como zona 1. Por otro lado, entre A10r10v y A14r05v, es decir, a los mayores IC procesando sobre el soporte convencional, se tiene la zona 2 o de saturación en desorientación, donde δ tiende a 41° . Esta desorientación de saturación corresponde a la desorientación media de una distribución al azar en un sistema cúbico cristalino [145]. El aumento del IC en procesado por FSP en esta segunda zona no conlleva un aumento de la desorientación pero sí del tamaño de grano. La zona 1, por tanto, es más interesante desde los puntos de vista científico y tecnológico. Además, apenas ha sido explorada en la literatura y es la zona donde el procesado es realmente severo, por lo que se esperan mejoras notables tanto microestructurales como mecánicas.

La formación de la microestructura durante el procesado por FSP es un tema de debate entre la comunidad científica. Algunos estudios plantean procesos de recrystalización dinámica (DRX) como los causantes de la formación de los pequeños granos durante el procesado [180]. Sin embargo, se ha observado en el aluminio y sus aleaciones que en la mayoría de los casos durante la deformación en caliente la restauración dinámica (DRV) se ve tan favorecida que, en general, la DRX se retarda respecto a otros metales y aleaciones [181, 182]. Este hecho se atribuye a la elevada energía de falta de apilamiento propia del aluminio, que facilita el trepado y el deslizamiento cruzado de las dislocaciones [171]. De esta forma cuesta más alcanzar una densidad local de dislocaciones suficiente como para iniciar y mantener el proceso DRX, que, por ejemplo, en el cobre y sus aleaciones. Sin embargo, hay que tener en cuenta que el procesado por FSP, en función de las condiciones utilizadas, el tipo de herramienta y la disipación de calor, abarca un amplio rango de tensiones, temperaturas, deformaciones y velocidades de deformación. La formación de la nueva microestructura será función de este gran abanico de condiciones. Para discutir dichas microestructuras y poder determinar su ventana de procesado conviene hacer mención al parámetro de Zener-Hollomon [183]:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (4.7)$$

donde $\dot{\epsilon}$ es la velocidad de deformación, Q es la energía de activación, R la constante universal de los gases y T la temperatura. El parámetro Z relaciona el efecto equivalente entre el aumento de la temperatura y la disminución de la $\dot{\epsilon}$. Un determinado proceso termomecánico produce un mayor afino microestructural cuanto mayor sea la tensión impuesta, es decir, a elevados valores de Z , que implican bajas temperaturas y/o elevadas $\dot{\epsilon}$. Así, atendiendo a la severidad impuesta durante el procesado, existe una relación inversa entre el parámetro Z y el IC. En la Figura 4.49 se muestra un esquema de curvas σ - ϵ general para la deformación en caliente de aleaciones metálicas [184], donde la flecha en rojo muestra el descenso en Z , o el aumento de IC. La forma de las curvas es función de Z (o IC), siendo indicativa del mecanismo de formación de la microestructura. Estas curvas describen lo ocurrido durante el procesado por FSP:

- A altos valores de Z (o bajos IC), en la curva discontinua, el número de dislocaciones se multiplica debido a la tensión impuesta y a la necesidad de acomodar la deformación plástica. Estas dislocaciones evolucionan hacia configuraciones menos energéticas mediante las etapas mostradas en la Figura 4.50, características de la restauración dinámica (DRV) [171, 181]. Entonces, mientras se produzca DRV (no extendida) se obtiene un afino microestructural, que es el objetivo de la utilización de técnicas de deformación plástica severa, tales como el procesado por FSP.

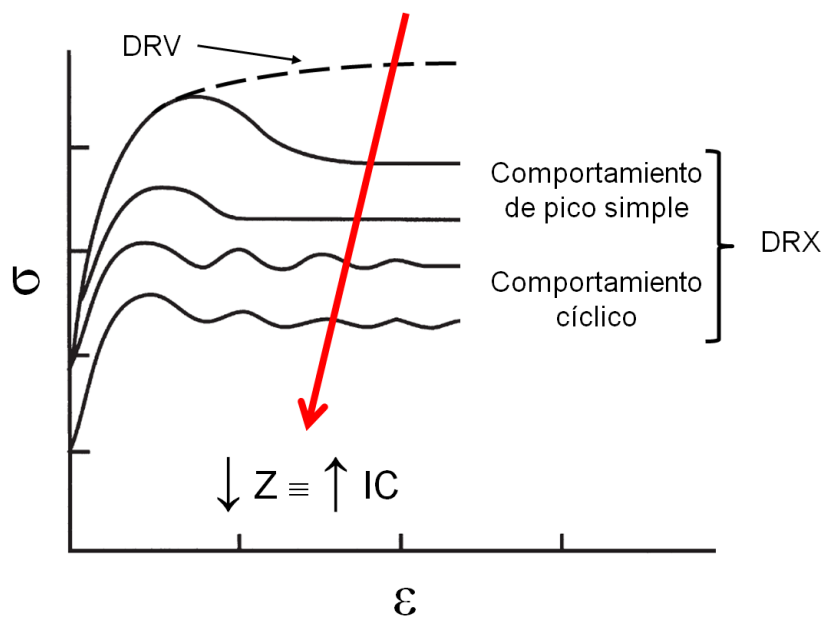


Figura 4.49. Esquema del aspecto de curvas σ - ϵ en función de Z (o IC) y el mecanismo de formación de la microestructura implicado.

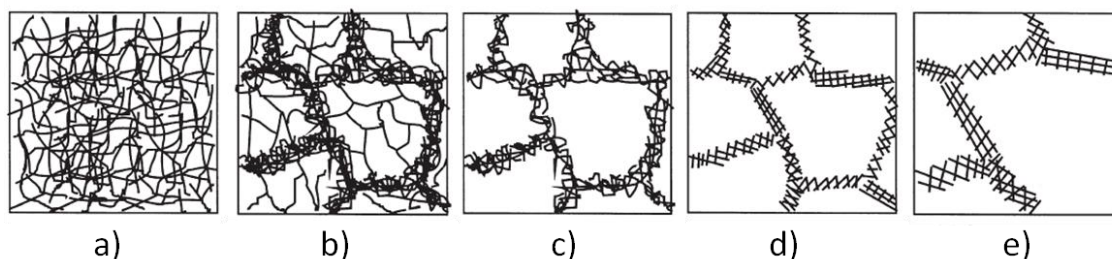


Figura 4.50. Etapas de la restauración dinámica: a) generación de dislocaciones, b) formación de celdas c) aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas, e) formación de subgranos y e) crecimiento o restauración extendida [171].

- Al disminuir el valor de Z (o aumentar el IC) aumenta la temperatura y/o disminuye la velocidad de deformación, resultando en una menor tensión durante el procesado. La menor tensión y mayor temperatura de procesado favorecen la aparición de fenómenos de recristalización dinámica (DRX) [185, 186]. La menor tensión implica la obtención de granos más grandes que favorecen la distribución más heterogénea de dislocaciones. La acumulación de dislocaciones a más alta temperatura favorece el inicio de la recristalización. En este caso, se forman nuevos granos por fenómenos de nucleación, principalmente en los bordes de granos deformados, y crecimiento mediante la migración de sus fronteras bajo la fuerza motriz consecuencia de la diferencia en densidad de dislocaciones. Como resultado se observa una disminución de la tensión tras alcanzar el máximo en las curvas de la Figura 4.49, comportamiento denominado de pico simple, conduciendo a microestructuras más groseras que en el caso de la operación de DRV [187].

- Cuando el valor de Z disminuye aún más, se suceden ciclos de recristalización caracterizados por oscilaciones de tensión al aumentar la deformación (comportamiento cíclico). En estos ciclos, las bajadas de tensión corresponden a la etapa de crecimiento de los granos recristalizados, similar a lo ocurrido en el comportamiento de pico simple, mientras que las subidas corresponden a la producción de nuevas dislocaciones según la tensión de procesado que evolucionan siguiendo las etapas de DRV mostradas en la Figura 4.50. Salvo en ciertas zonas donde se acumulan dislocaciones, la tensión aumenta y se forman nuevos núcleos para DRX, volviéndose a generar otro ciclo.

La evolución microestructural descrita a partir de la Figura 4.49 se refleja en las micrografías MET en las Figuras 4.8-10. Así, el uso de los más bajos valores de IC (equivalente a altos Z) y/o el soporte refrigerado proporciona una morfología microestructural propia de restauración extendida. Esta zona corresponde a la zona 1 en la Figura 4.48. En este caso el IC determina el tamaño de (sub)grano. Por ejemplo para $IC = 490 \text{ rpm}^2/\text{mm}/\text{min}$ (07r10v), se puede observar que al procesar sobre el soporte refrigerado, el tamaño de grano es de $\sim 240 \text{ nm}$, mientras que en el caso del soporte convencional este valor asciende a $\sim 590 \text{ nm}$. En ambos casos, el tamaño de (sub)grano formado inicialmente estará determinado por la tensión de procesado, que es función del IC y similar en ambos casos. Sin embargo, esta microestructura extremadamente fina tiende a crecer rápidamente tras el paso de la herramienta, ya que el material todavía mantiene una elevada temperatura durante un tiempo determinado [188]. En el caso del soporte refrigerado, este crecimiento se ve reducido por la mayor velocidad de extracción de calor aplicada en comparación con el soporte convencional, que sufre un mayor crecimiento. Así mismo, tal como se muestra en la Figura 4.48 en la zona 1, la desorientación aumenta en línea con el tamaño de grano, al aumentar la fracción de HABs mediante la reorganización de las dislocaciones en configuraciones menos energéticas (fronteras de grano frente a marañas, celdas y fronteras de subgrano).

Por otro lado, al procesar con los mayores valores de IC (bajos Z) y el soporte convencional, en la zona 2 de la Figura 4.48, se observan granos grandes bien definidos (provenientes de DRX) pero con presencia de dislocaciones. Estas tienden a reagruparse, formando LABs, indicando que cierto grado de restauración dinámica (DRV) está teniendo lugar [177, 180]. La microestructura en esta zona indica que se están sucediendo ciclos de DRX-endurecimiento.

Por tanto, las condiciones situadas en la zona 1 de la Figura 4.48, presentan menores tamaños de grano que aquellas pertenecientes a la 2. Así, en caso de proporcionar una respuesta superplástica, las microestructuras de la zona 1 la tendrán a menores temperaturas y mayores velocidades de deformación, lo cual es muy interesante y útil a nivel industrial, tal como se discutirá en el apartado 4.2.3.

4.2.2.3. Aleatorización y textura

El procesado por FSP es una de las técnicas de deformación plástica severa que mayores deformaciones impone en el material [151]. Esta elevada deformación introducirá una gran aleatorización en el material, tal y como muestra la gran variedad cromática presente en los mapas de EBSD y de ACOM-MET en las Figuras 4.17 y 4.20 respectivamente. Así mismo, las figuras de polos $\{111\}$ mostradas en la Figura 4.18 revelan una baja intensidad, donde tan sólo alguna componente de cizalla puede ser discernible en las condiciones más *frías* (menor IC y soporte refrigerado). Por el contrario, los procesados con mayores IC y el uso del soporte convencional producen una mayor aleatorización de la microestructura, en línea con el aumento de desorientación media observado en estas condiciones en la Figura 4.20 y 4.21, dadas la mayor temperatura, tamaño de grano y deformación asociados a estas condiciones. Se debe hacer notar que la herramienta elegida para el procesado por FSP presenta una geometría especial con canaladuras y estrías (ver Figura 2.9). Esta geometría favorece un flujo tridimensional complejo que combina desplazamiento de material desde el lado de avance al de retroceso, de arriba abajo gracias al confinamiento del hombro y en espiral debido a las canaladuras, como se esquematiza en la Figura 4.51.

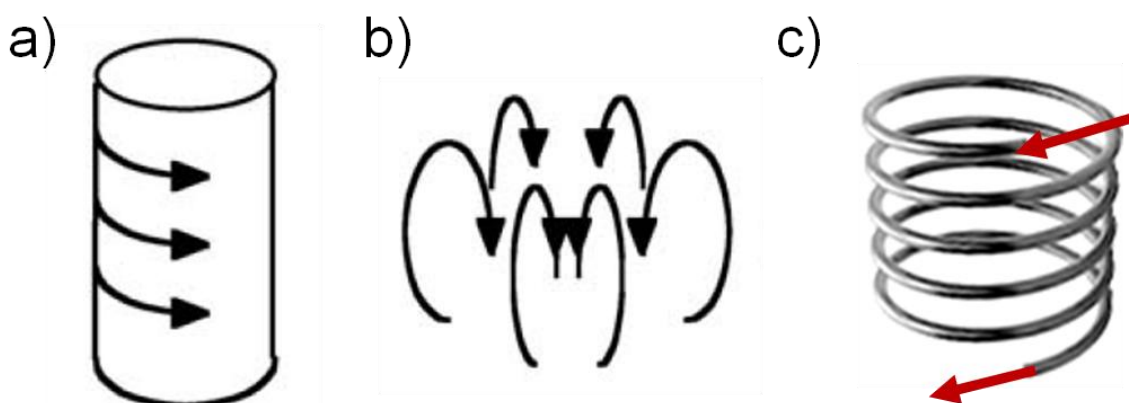


Figura 4.51. Flujo tridimensional complejo producido por la herramienta de FSP que combina desplazamiento del material a) desde el lado de avance al de retroceso, b) desde arriba a abajo gracias al confinamiento del hombro y c) en espiral debido a las canaladuras.

4.2.3. Propiedades mecánicas a intermedias y altas temperaturas.

Determinación de los mecanismos de deformación

En la mayoría de las aleaciones, la deformación plástica a alta temperatura está asociada a los mecanismos de movimiento de dislocaciones controlados por trepado ($n = 5$ o 8 y $Q = Q_R$). Cuando el tamaño de grano es grande, como en la mayoría de metales puros, opera el mecanismo de movimiento de dislocaciones con formación de un tamaño de subgrano dependiente de la tensión ($\lambda_{sg} \propto 1/\sigma$), con un exponente de la tensión asociado de $n = 5$ [69]. En el caso de que la aleación esté reforzada con partículas y la distancia entre ellas sea menor que el tamaño de subgrano correspondiente a la tensión aplicada, opera el mecanismo de movimiento de dislocaciones a subestructura constante, con un exponente de la tensión asociado de $n = 8$ [83]. Durante la operación de este mecanismo, el tamaño de subgrano está determinado únicamente por la distancia entre partículas. Sin embargo, si el grano es fino ($< 15 \mu m$), equiaxial y altamente desorientado la deformación plástica a alta temperatura puede asociarse a la operación del mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano (DFG), conducente a superplasticidad, en un determinado intervalo de temperaturas y velocidades de deformación. El exponente de la tensión asociado es $n = 2$ y $Q = Q_R$ o Q_{FG} .

La aleación 7075 es una aleación reforzada por precipitados y dispersoides por lo que el mecanismo de deformación esperable a altas temperaturas es el de movimiento de dislocaciones a subestructura constante. No obstante, las microestructuras de los materiales procesados por FSP presentan granos finos (Figuras 4.8-10), relativamente equiaxiales y altamente desorientados (Figuras 4.20 y 4.21). Por tanto, es esperable la operación del mecanismo de DFG en un cierto intervalo de temperaturas y velocidades de deformación. La ecuación constitutiva del mecanismo de DFG (Ecuaciones 1.3-4) refleja explícitamente la importancia que el tamaño de grano tiene en este mecanismo. Así, la disminución del tamaño de grano conduce al incremento de la velocidad de deformación y a una reducción de temperatura para la operación de DFG, con el consecuente beneficio económico para el posterior conformado superplástico.

4.2.3.1. Mecanismos de deformación del material de partida

En la Figura 4.52 se han representado datos de tensión (σ) y de velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) del Al puro extraídos de [160] y de las aleaciones de partida extraídos de los ensayos con cambios en la velocidad de deformación (Figura 4.37). Los datos de σ aparecen compensados por el módulo de Young (E) del Al puro [141] y los de $\dot{\epsilon}$ por el coeficiente de autodifusión del Al puro en la red (D_R) [161, 189] y por D_{eff} en el aluminio puro [160]. De acuerdo con esta figura, en el intervalo de temperaturas ensayado (200-450°C), el material de partida es más resistente que el Al puro, sobre todo, cuanto menor es la temperatura de ensayo (T) y, muy especialmente a 200°C en el caso de 7075-S y 7075-T6. De hecho, los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ de 7075-S y 7075-T6 correspondientes a 200°C aparecen desplazados hacia valores de σ muy elevados con respecto a los correspondientes a temperaturas de ensayo superiores y a lo observado en 7075-O. Esto es consistente con el elevado valor que adopta la energía de activación aparente (Q_{ap}) para el material de partida a 200°C (Tabla 4.7), y que se asocia a cambios microestructurales, concretamente a engrosamiento de los precipitados.

En cuanto a la pendiente de las curvas, la Figura 4.52 muestra que los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ del aluminio puro dentro de la región de la ley potencial ($\dot{\epsilon}/D_R < 10^{13} \text{m}^{-2}$) caen sobre una misma línea de pendiente 5, mientras que para valores $\dot{\epsilon}/D_R > 10^{13} \text{m}^{-2}$ las pendientes crecen rápidamente. En el caso del material de partida, la figura muestra que los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ correspondientes a 200°C se ajustan a una línea de pendiente muy elevada para los tres estados de precipitación inicial. Sin embargo, los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ en el intervalo 250-450 °C se ajustan a valores cercanos a 8, aunque a las mayores temperaturas y menores velocidades de deformación la pendiente disminuye. Estos datos son consistentes con el mecanismo de $n = 5$ en el aluminio puro y con el de $n = 8$ en los materiales de partida, aunque afectado por cambios microestructurales cuando la temperatura y el tiempo de calentamiento son elevados. De acuerdo con la ecuación constitutiva del mecanismo de $n = 8$ (Ecuación 1.9), si aumenta la distancia entre partículas (λ_p), disminuye la tensión y, por tanto, disminuye el exponente de la tensión aparente (n_{ap}). Por tanto, el engrosamiento de los precipitados durante los ensayos conduce a la reducción de la pendiente de los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$. Esto es consistente con los valores bajos que adopta n_{ap} para el material de partida a $T_e = 400\text{-}450$ °C (Tabla 4.7). De la misma forma, está de acuerdo con el hecho

de que los valores de n_{ap} del material de partida sean superiores a 10^{-2} s^{-1} que a 10^{-4} s^{-1} (Tabla 4.7). Por el contrario, a las temperaturas de ensayo más bajas los datos se adentran en la zona de ruptura de la ley potencial y por tanto se observan valores de n_{ap} muy elevados.

La gran caída de tensión al pasar de 200°C a 250°C en el caso de 7075-S y en el rango 200-300 °C en 7075-T6 (Figura 4.52) es atribuible a un fuerte incremento de λ_p durante el ensayo que hace que disminuya bruscamente σ . Las diferencias entre los tres materiales de partida están por tanto relacionados con el estado de los precipitados. Así, en el caso de la 7075-O, los precipitados son gruesos inicialmente y no crecen hasta las mayores temperaturas y velocidades de deformación más bajas. Por otro lado, en la 7075-S se tiene una elevada fracción de elementos en solución sólida, que precipitan finamente a partir de 120-135 °C [16, 190, 191], lo cual está de acuerdo con la elevada resistencia de la aleación a 200 °C. A temperaturas superiores, el engrosamiento de los mismos es muy rápido y el material tiende al comportamiento observado en 7075-O. Por último, en el estado 7075-T6 los precipitados finos se encuentran distribuidos homogéneamente a la mínima distancia posible al inicio del ensayo, presentando la mayor resistencia (Figura 4.37) y dureza (Tabla 4.5) de los tres estados de precipitación estudiados. Así, la caída de tensión está asociada de nuevo al crecimiento de estos pequeños precipitados durante los ensayos, aumentando a mayores temperaturas y menores velocidades de deformación.

4.2.3.2. Mecanismos de deformación del material procesado por FSP

En un principio, pudiera esperarse que el material procesado por FSP se comportara a alta temperatura de manera similar al observado en el material de partida, mediante la operación del mecanismo de deformación por movimiento de dislocaciones a subestructura constante ($n = 8$). No obstante, debido al gran afino de grano y aumento de desorientación inducido por el procesado por FSP, en línea con los objetivos marcados para esta aleación, se espera la operación del mecanismo de DFG en un determinado intervalo de temperaturas y velocidades de deformación.

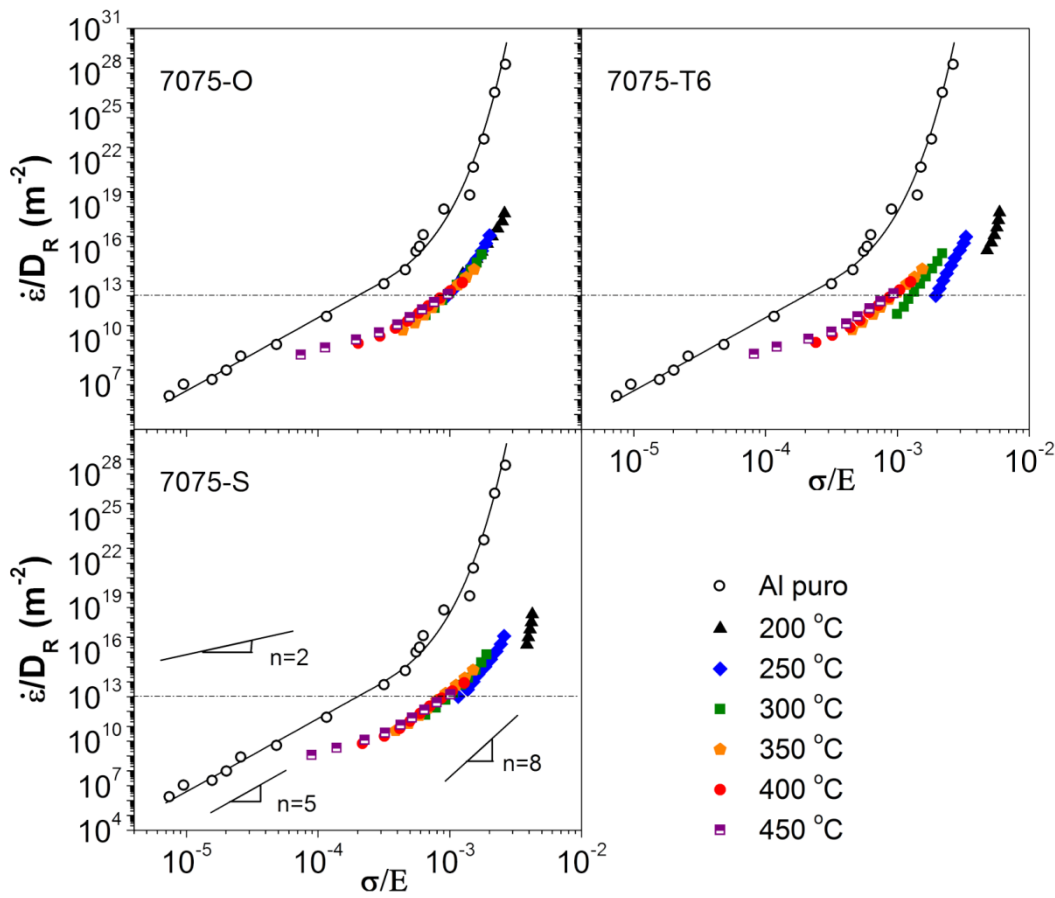


Figura 4.52. Representación de los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el aluminio puro [160] y para los tres estados de precipitación de la aleación Al 7075 de partida.

En las Figuras 4.53-55 se han representado los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el Al puro, el material de partida y para los cordones procesados en todas las condiciones de FSP. En las figuras se observa que existe un intervalo de temperaturas y velocidades de deformación, para el cual, cada material procesado por FSP tiene un comportamiento mecánico totalmente diferente, siendo mucho más blando que el material de partida. Este ablandamiento es gradual con el aumento de la temperatura y la reducción de la velocidad de deformación hasta alcanzar resistencias similares al Al puro. Asimismo, los intervalos de ablandamiento se desplazan hacia menores valores de tensión a menores temperaturas y mayores velocidades de deformación al disminuir el IC a igualdad de soporte y procesando sobre el soporte refrigerado a igualdad de IC, en línea con la disminución del tamaño de grano descrita en el apartado 4.2.2.2. En estos intervalos, los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ del material procesado por FSP se pueden ajustar a una recta de baja pendiente, lo que se relaciona con valores bajos de n_{ap} observados en

las Tablas 4.11-13. Por tanto, estas observaciones son una muestra de que el material procesado por FSP puede presentar superplasticidad en un cierto intervalo de temperaturas y velocidades de deformación. Puesto que el mecanismo de DFG se caracteriza por incrementos notables de la ductilidad y disminución de la tensión de fluencia, del exponente de la tensión y, en ocasiones, de la energía de activación con respecto al material no superplástico, se realizará un análisis de estos cuatro parámetros para confirmar la operación de dicho mecanismo. En general, fuera de la ventana superplástica el material procesado por FSP deforma según el mecanismo de movimiento de dislocaciones y sus valores de tensión vuelven a coincidir con los del material de partida, como se observa, por ejemplo, en varios procesados ensayados en tracción a 400°C (ver Figuras 4.53-55).

a) Aumento de la ductilidad

En la Figura 4.56 se muestran los valores del alargamiento a rotura (e_F) frente a la temperatura de ensayo (T) de los tres materiales de partida (Tabla 4.6) y de los respectivos procesados por FSP (Tablas 4.8-10). Se observa que, en general, el material procesado por FSP es claramente más dúctil que el material de partida. Los materiales procesados presentan máximos de ductilidad por encima del 400% en el rango 300-400 °C. Estos máximos se desplazan hacia menores temperaturas al procesar sobre el soporte refrigerado, alcanzándose en general el e_F máximo aproximadamente a 50°C menos que en el caso del soporte convencional. Así mismo, con este soporte, el intervalo de temperaturas donde se obtienen elevados alargamientos se amplía con respecto al uso del soporte convencional, siendo en general un intervalo de ~150 °C en el soporte refrigerado y de ~100°C en el convencional. Estas observaciones están en consonancia con el menor tamaño de grano que se logra al procesar sobre el soporte refrigerado, que favorece la aparición de superplasticidad.

Por otro lado, como ya se vio en la Tabla 4.3, a igualdad de soporte, el tamaño de grano disminuye al disminuir el IC. Por tanto, una disminución del IC correspondería con un aumento de la ductilidad. Así por ejemplo, en la Figura 4.56, para ambos soportes en 7075-O se observa que el intervalo en temperaturas donde se producen

alargamientos extremadamente elevados se amplía al disminuir el IC, como corresponde a la disminución del tamaño de grano.

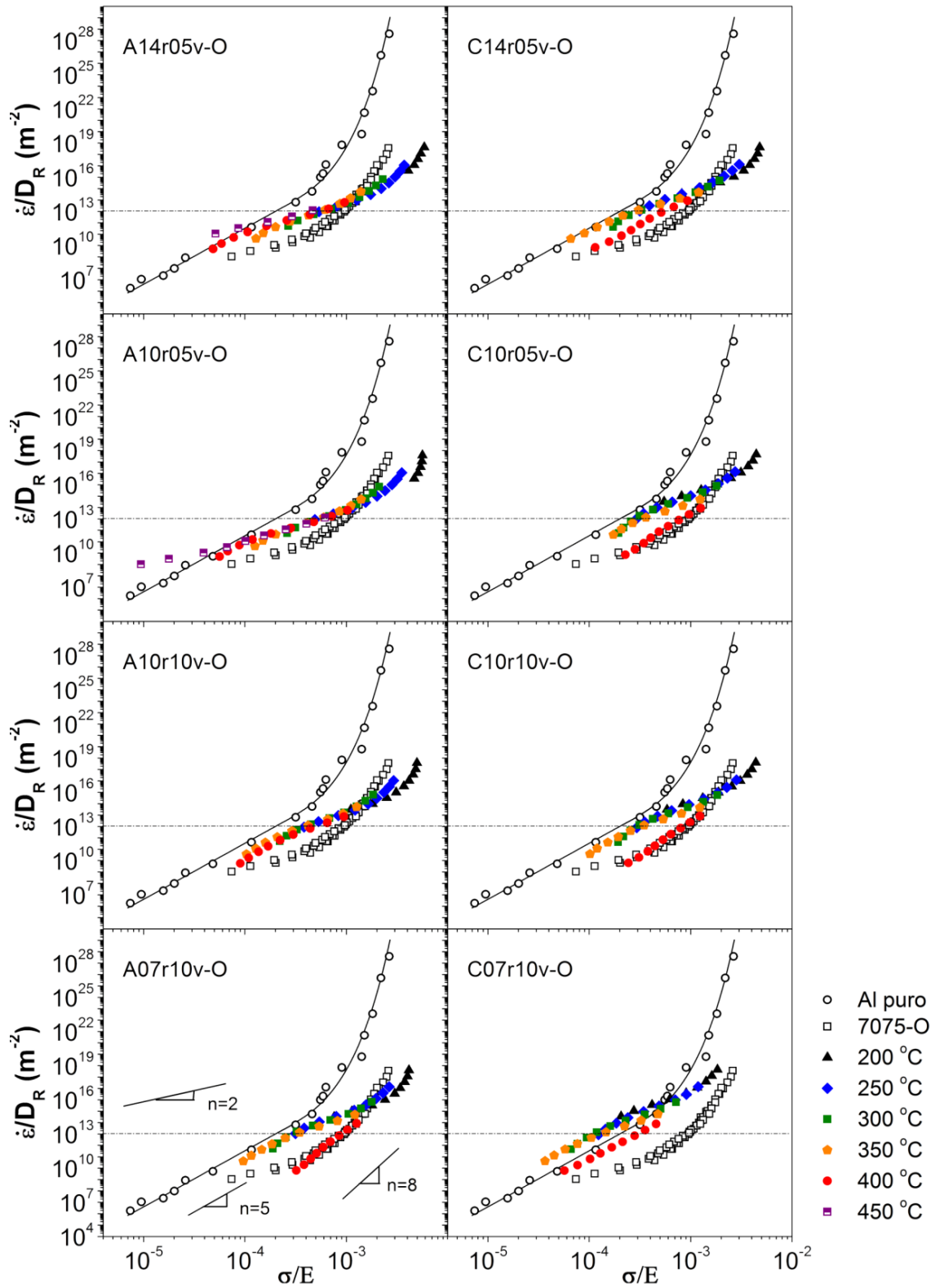


Figura 4.53. Representación de los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el aluminio puro [160], la aleación 7075-O de partida y tras el procesado por FSP.

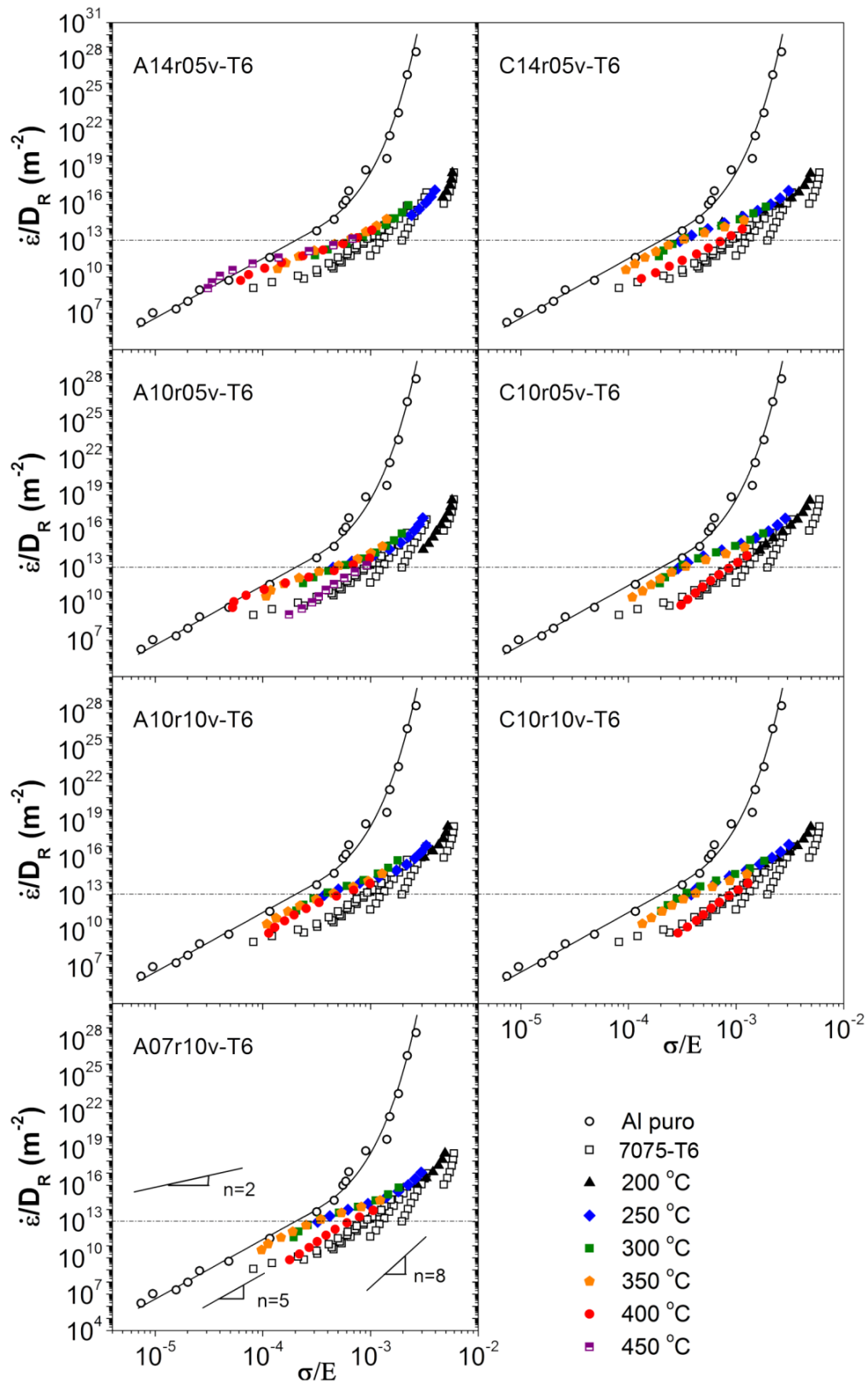


Figura 4.54. Representación de los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el aluminio puro [160], la aleación 7075-T6 de partida y tras el procesado por FSP.

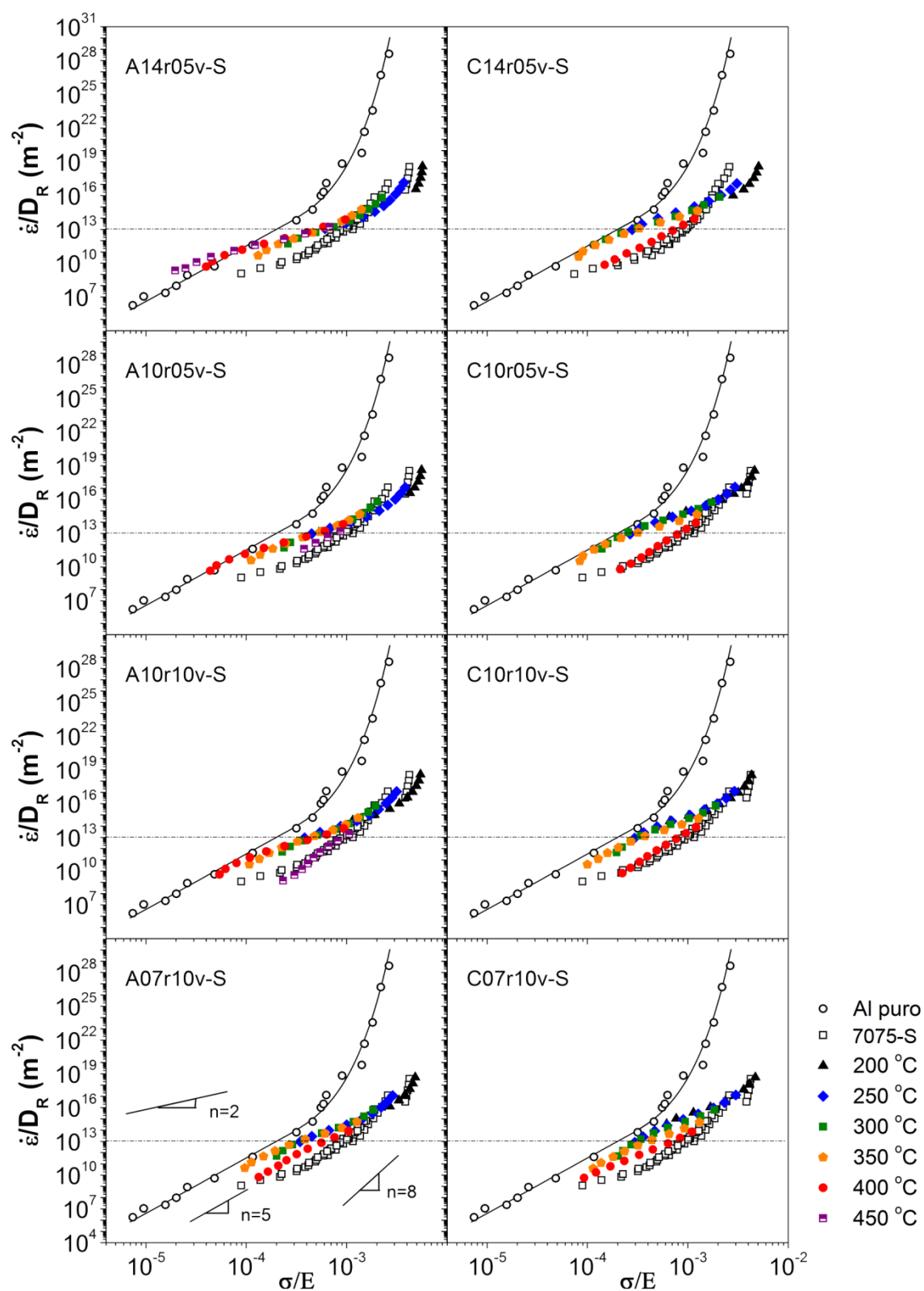


Figura 4.55. Representación de los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el aluminio puro [160], la aleación 7075-S de partida y tras el procesado por FSP.

No obstante, los valores de alargamiento máximo disminuyen al disminuir el IC, en contra de lo que corresponde a una disminución del tamaño de grano cuando opera el mecanismo de DFG. Este hecho puede asociarse a dos factores. Por un lado la formación de pequeñas heterogeneidades al procesar condiciones cada vez más severas [174]. Por otro, la relativa menor desorientación obtenida al disminuir el IC tal como se observa en la Figura 4.47 b. Cabe destacar no obstante que los alargamientos están por encima del 200%, considerado a nivel industrial como el umbral de superplasticidad.

Los resultados mostrados en la Figura 4.56 reflejan además el intervalo de temperaturas que presenta una estabilidad microestructural apropiada para obtener grandes alargamientos. Así, para los tres materiales, con el soporte convencional se obtienen alargamientos superplásticos a temperaturas mayores que con el soporte refrigerado. Ahora bien, para el aprovechamiento óptimo de la ventana superplástica se prefiere la de los materiales procesados sobre el soporte refrigerado por su mayor amplitud y su situación a menores temperaturas, de claro beneficio industrial.

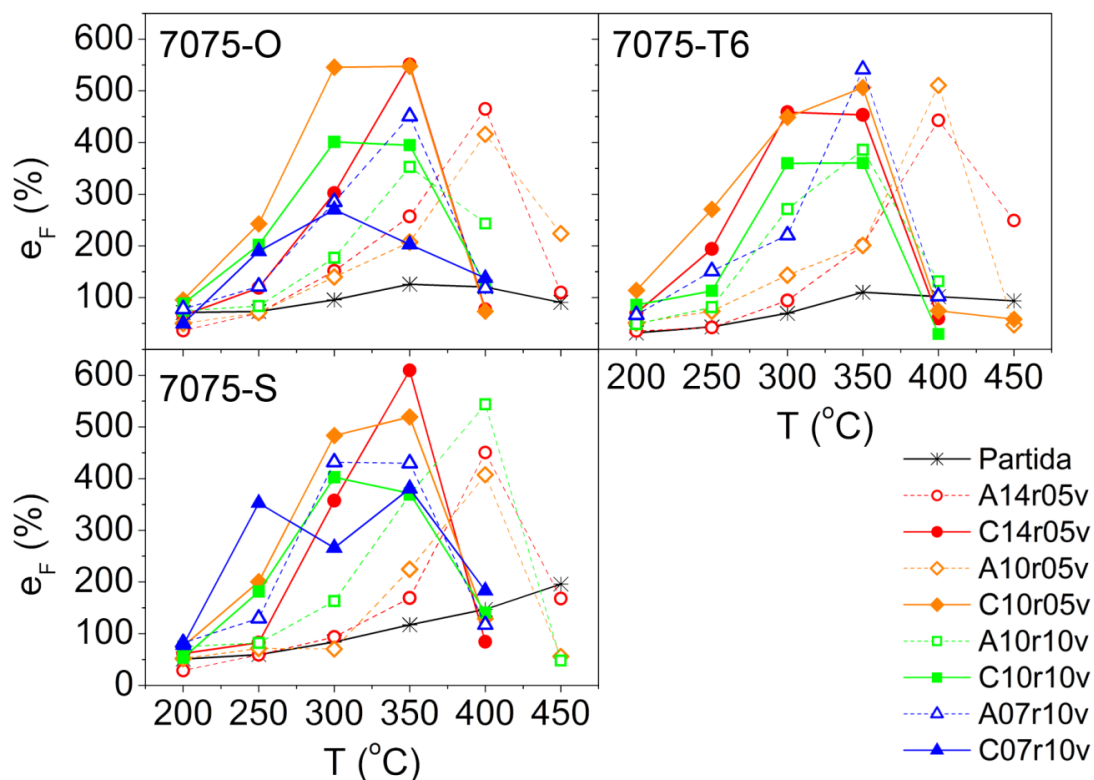


Figura 4.56. Alargamiento a fractura frente a la temperatura de ensayo para los tres materiales procesados por FSP y ensayados a una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} .

b) Disminución de la tensión de fluencia

Mientras que la ductilidad es una propiedad altamente influenciada por pequeñas irregularidades en el material, puesto que cualquier defecto actúa como concentrador de tensiones produciendo una fractura prematura, el valor de la tensión es un parámetro más fiable que proporciona información inequívoca sobre los mecanismos de deformación que operan en el material. Así, tensiones moderadas-altas están relacionadas con mecanismos de dislocaciones mientras que un gran descenso de la tensión de fluencia se asocia a la activación del mecanismo de DFG.

En la Figura 4.57 se muestran los valores de σ_{\max} frente a T a 10^{-2} s^{-1} para cada material de partida (Tabla 4.6) y los respectivos materiales procesados por FSP (Tablas 4.8-10). Se observa que en general, el material procesado tiende, según aumenta la temperatura, a disminuir la tensión de fluencia, alcanzando valores por debajo de los correspondientes a cada material de partida. Esta disminución es especialmente acusada en el caso del material 7075-O procesado en las condiciones 07r10v (IC más bajo). Tanto el material 7075-O como el 7075-S poseen valores de σ_{\max} superiores a los del material de partida a las menores temperaturas de ensayo. No obstante, sus valores disminuyen rápidamente y lo hacen más rápido cuanto menor es el IC, es decir, según disminuye el tamaño de grano. En el caso del material 7075-T6 la caída de tensión es también acusada según disminuye IC, similar a la del 7075-S.

En general, la aceleración del descenso de la tensión de fluencia con la temperatura para cada material, puede estar relacionado con cambios microestructurales, como un aumento de la distancia entre partículas λ_p o con un cambio de mecanismo cuando comienza a operar el mecanismo de DFG. En el caso de los materiales de partida, una variación de λ_p , tal como se discutió en el apartado 4.2.3.2.1 es la causa que subyace en el descenso, tanto progresivo como repentino, de σ_{\max} según aumenta la temperatura. Sin embargo, en el caso de los materiales procesados la aceleración es mucho mayor y se corresponde con un cambio de pendiente relacionado con n_{ap} hacia valores que se aproximan a $n_{ap}=2$. Al mismo tiempo, en la misma ventana de temperaturas se observa un aumento extraordinario de la ductilidad (ver Figura 4.56). El hecho de presentar enormes ductilidades a tensiones de fluencia extremadamente bajas es característico de la operación del mecanismo de DFG en ese intervalo de temperaturas.

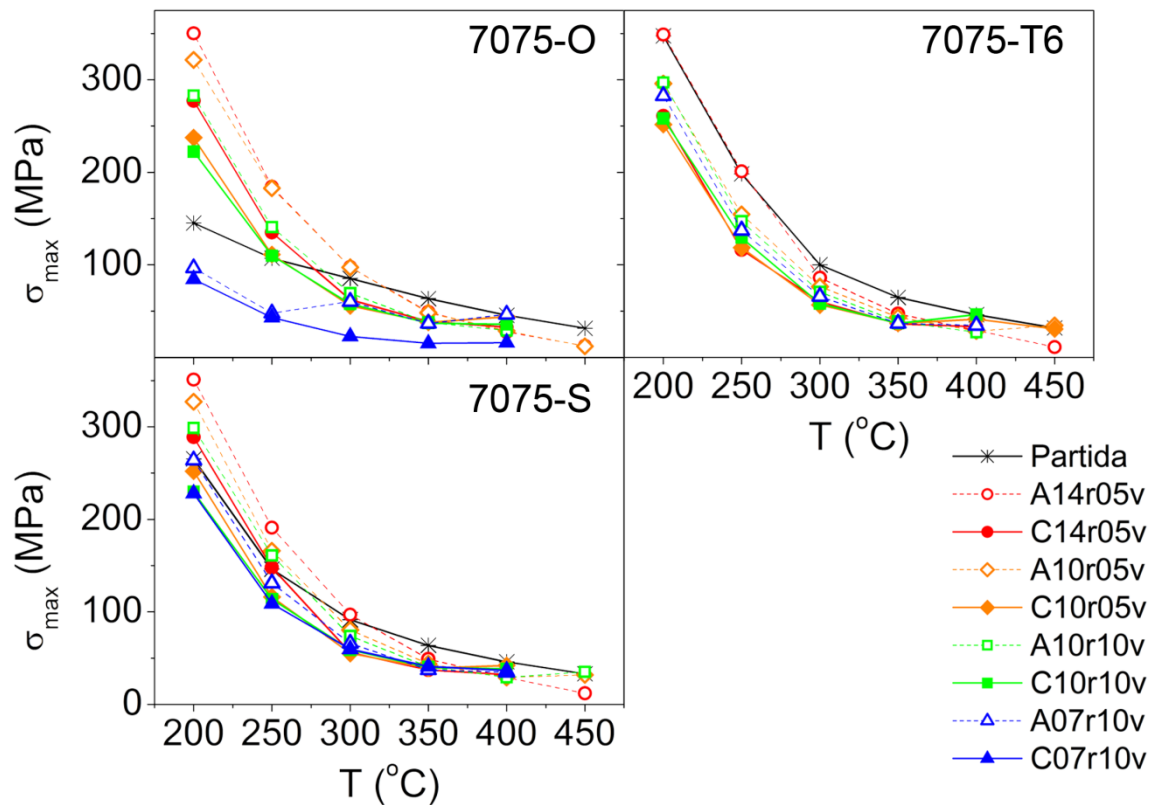


Figura 4.57. Tensión de fluencia (σ_{\max}) frente a la temperatura de ensayo para los tres materiales procesados por FSP y ensayados a una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} .

c) Disminución del exponente de la tensión

En la Figura 4.58 se han representado los valores de n_{ap} a 10^{-2} s^{-1} ($n_{\text{ap}}^{10^{-2}}$) de los materiales de partida (Tabla 4.7) y de los materiales procesados por FSP (Tablas 4.11-13) frente a la temperatura de ensayo. Se observa un descenso de $n_{\text{ap}}^{10^{-2}}$ en los materiales de partida, consecuencia del aumento de la distancia entre partículas (λ_p) tal como se sugirió en el apartado 4.2.3.2.1 y cuya influencia sobre el valor de n_{ap} fue ampliamente discutida en el apartado 3.3.3.2. Por su parte, los materiales procesados por FSP presentan mínimos de $n_{\text{ap}}^{10^{-2}}$ a temperaturas comprendidas entre 250 y 400 °C.

Durante los ensayos de tracción, la estabilidad plástica del material es mayor cuanto menor sea el valor de n y por tanto se pueden alcanzar mayores alargamientos.

Así, la evolución de $n_{ap}^{10^{-2}}$ con T es consistente con lo observado en la evolución de e_F con T en la Figura 4.56. Se observa como los valores de $n_{ap}^{10^{-2}}$ disminuyen, acercándose a 2, a temperaturas menores cuando se procesa sobre el soporte refrigerado que sobre el soporte convencional a igualdad de IC. Asimismo, para cada tipo de soporte, se obtienen menores valores de $n_{ap}^{10^{-2}}$ a menores temperaturas cuando se utiliza un menor IC. Ambas consideraciones son consistentes con la evolución del tamaño de grano en función del IC y el soporte de procesamiento utilizado (Figura 4.46). Este hecho está efectivamente de acuerdo con la ecuación constitutiva del mecanismo de DFG (Ecuaciones 1.3-4) según la cual una disminución del tamaño de grano permite la operación de este mecanismo a menores temperaturas. Además, cuando los alargamientos vuelven a valores moderados a las más altas temperaturas de ensayo, se observa un aumento del valor de $n_{ap}^{10^{-2}}$, al igual que ocurriría con el valor de σ_{max} en la Figura 4.57 a esta velocidad de deformación ($10^{-2} s^{-1}$). A estas temperaturas, el valor de n_{ap} tiende a 8, produciéndose un cambio de mecanismo de deformación de $n=2$ a $n=8$.

Por otro lado, en la Figura 4.59 se han representado los valores de n_{ap} a $10^{-4} s^{-1}$ ($n_{ap}^{10^{-4}}$) de los materiales de partida (Tabla 4.8) y de los materiales procesados por FSP (Tablas 4.11-13) frente a la temperatura de ensayo. La disminución de los valores de $n_{ap}^{10^{-4}}$ en los materiales de partida sigue la misma influencia que $n_{ap}^{10^{-2}}$ y de la misma manera, su descenso está relacionado con un aumento de λ_p . Los valores caen por debajo de 5 a las más altas temperaturas indicando un acelerado engrosamiento microestructural. Por otro lado, los materiales procesados por FSP presentan valores de $n_{ap}^{10^{-4}}$ por debajo de los obtenidos de los materiales de partida hasta una temperatura de 400 °C. No obstante, estos valores son algo superiores a lo observado a $10^{-2} s^{-1}$, lo cual es indicativo de que el mecanismo de DFG opera más adecuadamente a elevadas velocidades de deformación en los materiales procesados, como corresponde a materiales de grano fino que siguen las Ecuaciones 1.3-4. Además, al aumentar la temperatura de nuevo tienden a valores próximos a los del material de partida, indicando el cambio de mecanismo de vuelta a movimiento de dislocaciones habitual.

Por otra parte, cabe destacar la evolución de los valores de n_{ap}^{min} en los tres materiales procesados, cuyos valores se muestran en las Tablas 4.11-13. Se observa en general que al aumentar la temperatura su valor disminuye hacia valores cercanos a 2 y

se sitúa en velocidades de deformación cada vez mayores. Esta evolución está justificada por la progresiva optimización en la operación del mecanismo de DFG. Además, puesto que este mecanismo es fuertemente dependiente del tamaño de grano (Ecuaciones 1.3-4), una disminución del mismo conlleva una disminución de n_{ap}^{min} más rápida, a mayores velocidades de deformación y menores temperaturas. Así ocurre al comparar, por ejemplo, para la aleación 7075-O en la Tabla 4.11, la velocidad de deformación a la que se registra el valor de n_{ap}^{min} a 300 °C en la condición A14r05v-O, con un tamaño de grano ~ 815 nm, es $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. En contraste, para la condición C07r10v-O, con un tamaño de grano ~ 215 nm, es 10^{-2} s^{-1} , velocidad de deformación atractiva para su aplicación en conformado.

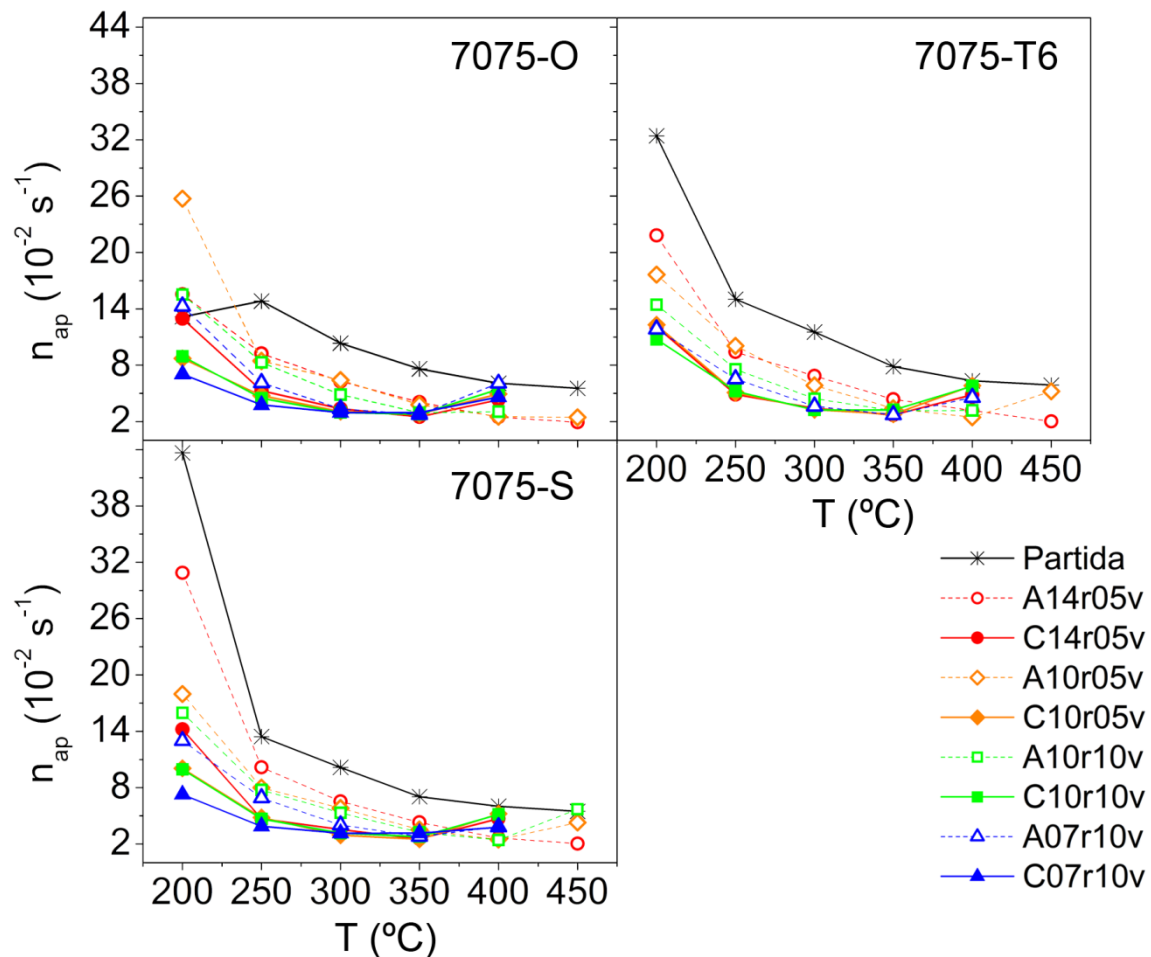


Figura 4.58. Exponente de la tensión aparente a 10^{-2} s^{-1} frente a la temperatura de los ensayos con cambios en la velocidad de deformación para los tres estados de precipitación de la aleación Al 7075 procesados por FSP.

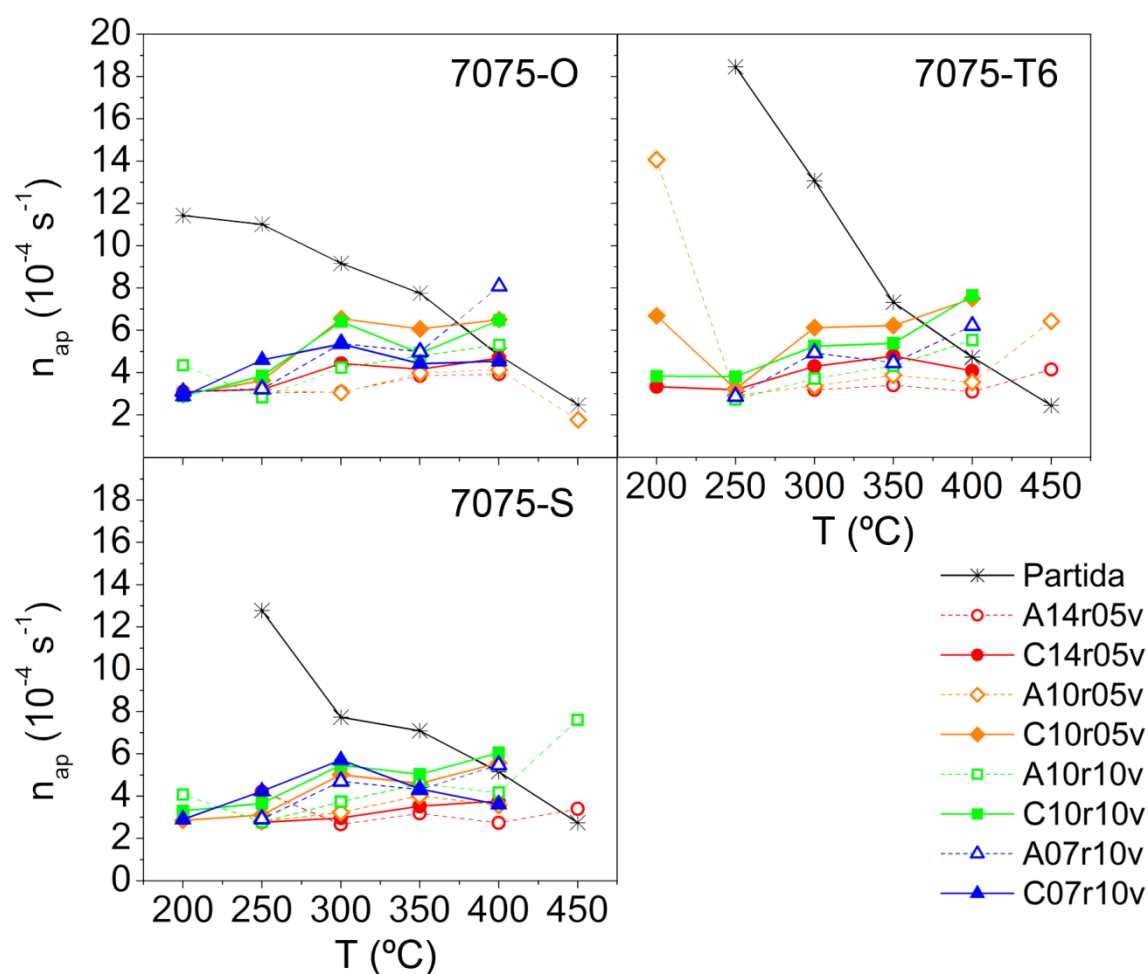


Figura 4.59. Exponente de la tensión aparente a 10^{-4} s^{-1} frente a la temperatura a partir de los ensayos con cambios en la velocidad de deformación para los tres estados de precipitación de la aleación Al 7075 procesados por FSP.

d) Disminución de la energía de activación

A temperaturas intermedias y altas hay dos procesos difusivos que pueden controlar la deformación plástica en las aleaciones de aluminio. A las mayores temperaturas, la deformación plástica está controlada por la autodifusión del aluminio en la red (D_R). La energía de activación de este caso toma el valor $Q_R = 142 \text{ kJ/mol}$ [161]. Por otro lado, a temperaturas intermedias, en los materiales de grano fino, la deformación plástica está controlada por la autodifusión del aluminio a lo largo de las fronteras de grano (D_{FG}) y la energía de activación toma el valor $Q_{FG} = 84 \text{ kJ/mol}$ [189]. El intervalo de operación de cada uno de estos procesos difusivos depende de la

microestructura de la aleación y de la temperatura de ensayo. Cuanto más fino sea el tamaño de grano habrá una mayor fracción de átomos en las fronteras, por lo que el rango de temperaturas en las que D_{FG} controla la deformación será mayor.

En la Figura 4.60 y 4.61 se muestran los valores de Q_{ap} a 10^{-2} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-2}}$) y a 10^{-4} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-4}}$) respectivamente de los materiales de partida (Tabla 4.7) y de los materiales procesados por FSP (Tablas 4.11-13). A ambas velocidades de deformación se observa en los materiales de partida 7075-T6 y 7075-S un descenso de Q_{ap} desde valores extremadamente altos hasta valores cercanos a Q_R . Por el contrario, en el caso del material de partida 7075-O el valor de Q_{ap} se mantiene aproximadamente constante a todas las temperaturas de ensayo y muy cercano a Q_R . Dado que el tratamiento térmico necesario para obtener el estado de partida 7075-O, descrito en el apartado 2.1.2, produce un elevado engrosamiento de los precipitados del material, éstos no engrosan durante los ensayos de tracción a alta temperatura y el valor de Q_{ap} permanece constante y similar a Q_R . Las diferencias en la evolución de Q_{ap} para los otros dos materiales de partida están relacionadas con sus cambios microestructurales acaecidos a alta temperatura. En el caso de 7075-T6 y 7075-S de partida se produce un engrosamiento de los finos precipitados, aumentando el valor de λ_p , lo que produce que $Q_{ap} > Q_R$ según se predijo en la Ecuación 3.2 para el mecanismo de deformación de $n = 8$.

Por otro lado, se observa en general que los valores de Q_{ap} a 10^{-2} s^{-1} para los materiales 7075-T6 y 7075-S procesados son menores que los de los respectivos materiales de partida. En el caso de 7075-O, puesto que el material de partida mantiene un valor de $Q_{ap} \sim Q_R$ en todo el intervalo de temperaturas, el material procesado posee a las menores temperaturas de ensayo para 10^{-2} s^{-1} mayores valores de Q_{ap} que el de partida. En los tres materiales procesados se observa que a 10^{-2} s^{-1} a bajas temperaturas se obtienen valores de Q_{ap} elevados, que descienden con la temperatura, en el intervalo 250-400 °C según la condición de procesado, hacia valores entre Q_R y Q_{FG} , zona donde el mecanismo de DFG opera según las evidencias en e_F , σ_{max} y $n_{ap}^{10^{-2}}$. A temperaturas superiores, los valores de Q_{ap} disminuyen rápidamente llegando a alcanzar incluso valores negativos, carentes de significado físico. La evolución de $Q_{ap}^{10^{-4}}$ con la temperatura de ensayo sigue la misma línea que lo discutido con $Q_{ap}^{10^{-2}}$. Para poder

explicar la observación de valores de Q_{ap} negativos hay que tener en cuenta que el parámetro Q mide la variación de la tensión con la temperatura a una velocidad de deformación determinada. Es decir, mide la "distancia" entre curvas $\dot{\epsilon}$ - σ adyacentes para cada velocidad de deformación. Por tanto, los bajos valores de Q_{ap} del material procesado para las temperaturas más elevadas están relacionados con el cruce de las curvas $\dot{\epsilon}$ - σ correspondientes a las temperaturas de ensayo más elevadas con las correspondientes a las temperaturas de ensayo inmediatamente inferiores y que indican cambios en el mecanismo de deformación a dicha temperatura (Figuras 4.42-44).

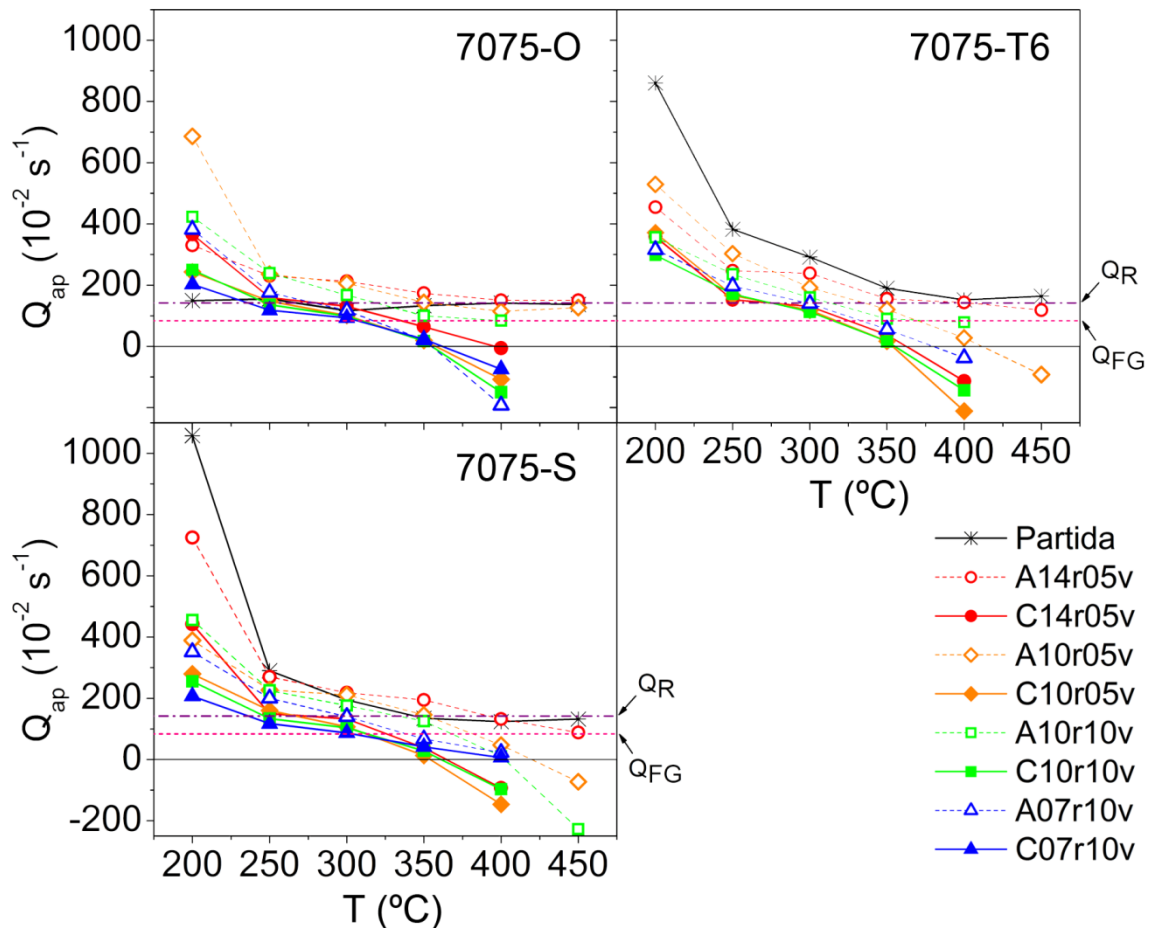


Figura 4.60. Valores de la energía de activación aparente a 10^{-2} s^{-1} frente a la temperatura obtenidos de los ensayos con cambios en la velocidad de deformación para los tres estados de precipitación de la aleación Al 7075 procesados por FSP.

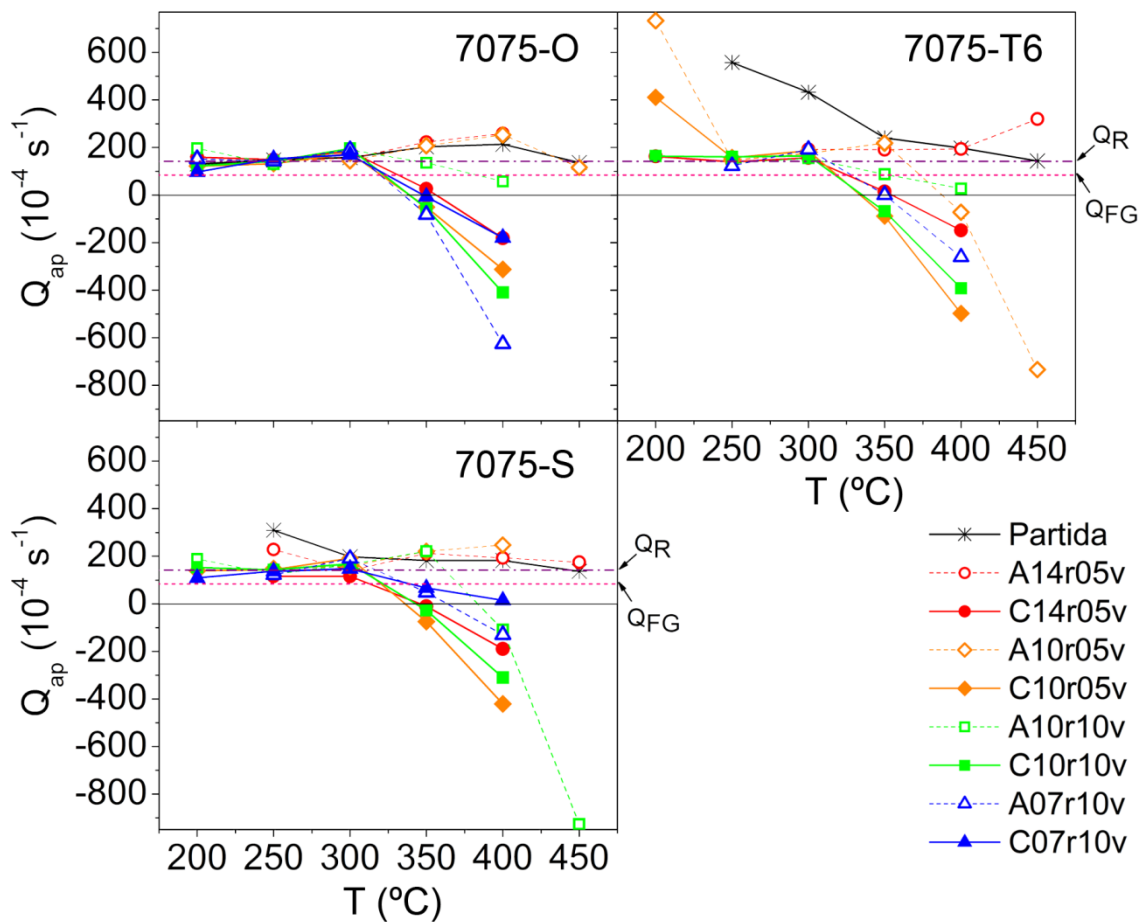


Figura 4.61. Valores de la energía de activación aparente a 10^{-4} s^{-1} frente a la temperatura obtenidos de los ensayos con cambios en la velocidad de deformación para los tres estados de precipitación de la aleación Al 7075 procesados por FSP.

El aspecto de las curvas $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ de las Figuras 4.53-55 junto con los resultados mostrados para el alargamiento a rotura, la tensión de fluencia, el exponente de la tensión y la energía de activación muestran evidencias de la operación del mecanismo de DFG y la dependencia clara con el tamaño de grano característica de este mecanismo. La operación del mecanismo de DFG se manifiesta a elevadas velocidades de deformación en un intervalo de temperaturas 250-350°C, para los procesados sobre el soporte refrigerado y con IC intermedios-bajos, y en el intervalo 300-400°C, para aquellos procesados sobre el soporte convencional y con IC elevados. Además, cabe destacar que una evidencia inequívoca de la operación de este mecanismo de DFG se desprende de las Figuras 4.23-33, donde se observan microestructuras finas,

equiaxiales, donde granos o grupos de granos deslizan y afloran hacia la superficie, característica de la deformación superplástica.

Para las aleaciones estudiadas, se puede proporcionar la ecuación constitutiva más apropiada, similar a las Ecuaciones 1.3-4, que se puede utilizar en la predicción del comportamiento mecánico a alta temperatura mientras opere el mecanismo de DFG [59]. Para ello se han utilizado datos centrados en el intervalo donde opera el mecanismo de DFG en los materiales procesados, empleando datos de la condición C10r05v-O a 350 °C. La velocidad de deformación usada para realizar el cálculo fue 10^{-2} s^{-1} , donde se registró el menor valor de n_{ap} . Puesto que el valor de Q_{ap} en la mayoría de los casos es cercano a Q_R se ha considerado $p=2$. Entonces, con los valores $\dot{\epsilon}/D_R = 4,59 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$, $b/L = 9,53 \cdot 10^{-5}$ y $\sigma/E = 5,58 \cdot 10^{-4}$ se obtiene la ecuación constitutiva para la aleación Al 7075 procesada por FSP:

$$\dot{\epsilon} = 8,85 \cdot 10^8 \left(\frac{D_R}{L^2} \right) \left(\frac{\sigma}{E} \right)^2 \quad [4.8]$$

En la Figura 4.62 se representan los valores de velocidad de deformación compensada por el tamaño de grano y la difusión como función de la tensión compensada por el módulo elástico para diversos materiales cuando el mecanismo de DFG está controlado por la difusión en la red [59]. Se ha representado adicionalmente con una línea punteada en rojo los datos obtenidos mediante la Ecuación 4.8 para la aleación Al 7075 procesada por FSP. Se observa que los datos representados mediante la Ecuación 4.8 muestran, lógicamente, mayor resistencia que el ajuste propuesto por Ruano y Sherby [59], como se podría esperar en una aleación altamente reforzada.

Se ha observado en la presente investigación que los parámetros n_{ap} y Q_{ap} toman valores cercanos a los valores teóricos $n = 2$ y $Q = Q_R$ o Q_{FG} pero ligeramente desviados hacia valores de $n_{ap} > 2$ y $Q > Q_R, Q_{FG}$ en la ventana superplástica. Varias pueden ser las razones que hacen que los valores se alejen de la idealidad:

- En más de la mitad de las condiciones de procesado se ha obtenido el mecanismo de DFG a valores de Z por encima de la zona de aplicación de la ley potencial ($\dot{\epsilon}/D_R > 10^{13} \text{ m}^{-2}$), donde los valores de n_{ap} crecen rápidamente. La operación del mecanismo de DFG se observa en casos muy excepcionales a tan baja temperatura y tan elevada velocidad de deformación. Puesto que los mecanismos de

acomodación de la deformación durante el DFG son fenómenos térmicamente activados, estos se verán dificultados en estas condiciones.

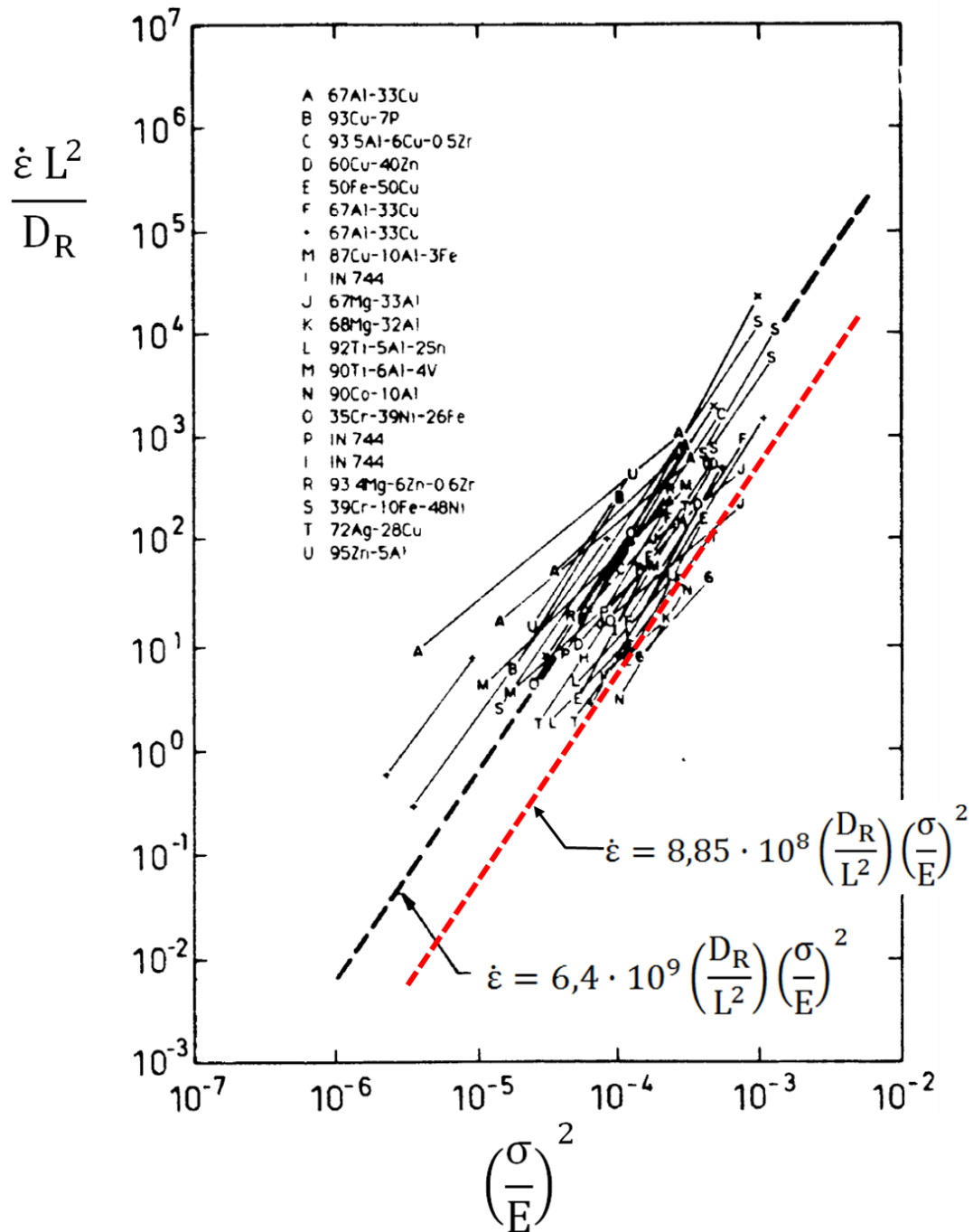


Figura 4.62. Representación los valores de velocidad de deformación compensada por el tamaño de grano y la difusión como función de la tensión compensada por el módulo elástico para diversos materiales cuando el mecanismo de DFG está controlado por la difusión en la red. La línea punteada roja es la representación gráfica de la Ecuación 4.8.

- Posible interacción de las partículas en la acomodación del deslizamiento de fronteras de grano.

- La desorientación media y la fracción de HABs podría no ser suficiente para que las fronteras deslicen, haciendo que el tamaño efectivo de grano sea mayor que el medido. No obstante, para las microestructuras estudiadas esta no parece ser la causa de las desviaciones de la idealidad, puesto que la mínima desorientación media reportada en la Figura 4.21 es de $30,6^\circ$. Este valor es mayor en general que lo reportado en la bibliografía cuando se obtiene respuesta superplástica en esta aleación tras el procesamiento mediante otras técnicas de DPS como ARB [68, 118, 192] ECAP [123, 193, 194] o HPT [195].

- Por último, al igual que ocurre en el mecanismo de $n = 8$ (apartado 3.3.3.2), durante la deformación pueden sucederse cambios microestructurales, que en el caso del mecanismo de DFG se asocian al crecimiento de grano durante el ensayo. Este crecimiento puede observarse en las Figuras 4.22-33, quedando además reflejado en la diferencia entre $\sigma_{0.2}$ y σ_{\max} mostradas en la Figura 4.63 para las condiciones de procesamiento A10r05v-T6 y C10r05v-T6.

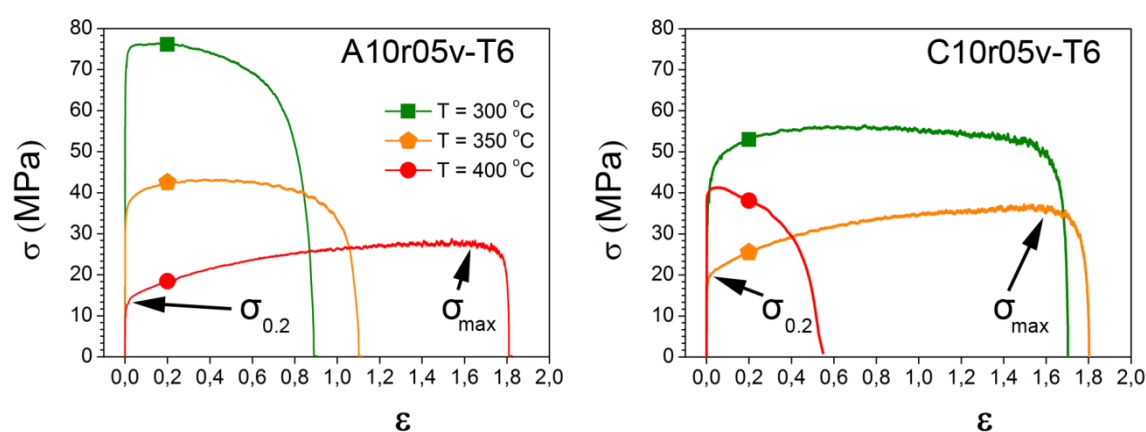


Figura 4.63. Curvas de tracción a una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} en el rango de temperaturas 300-400 °C para las condiciones de procesamiento por FSP A10r05v-T6 y C10r05v-T6. Se indica el valor de límite elástico ($\sigma_{0.2}$) y de tensión máxima (σ_{\max}) en las curvas con una mayor diferencia entre ambos valores.

Las variaciones de n_{ap} y Q_{ap} con la variación del tamaño de grano efectivo (L) durante la deformación (L) cuando opera el mecanismo de DFG pueden ser deducidas analíticamente, de manera similar a lo propuesto con las variaciones de λ_p en el caso mecanismo de movimiento de dislocaciones a subestructura constante en el apartado 3.3.3.2 [163-165]. En la región donde la ley potencial puede ser aplicada, cuando opera el mecanismo de DFG, la relación analítica para $n = n(L)$ puede ser obtenida utilizando su definición (Ecuación 2.5) y la ecuación constitutiva del mecanismo (Ecuaciones 1.3-4), tal y como muestra Ecuación 4.9:

$$n(L) = \frac{\partial \ln(\dot{\epsilon})}{\partial \ln\left(\frac{\sigma}{E}\right)} \bigg|_T = \frac{\partial \ln\left[\left(\frac{\sigma}{E}\right)^n \left(\frac{1}{L}\right)^p\right]}{\partial \ln\left(\frac{\sigma}{E}\right)} \bigg|_T = \frac{\partial \ln\left(\frac{\sigma}{E}\right)^n}{\partial \ln\left(\frac{\sigma}{E}\right)} \bigg|_T + \frac{\partial \ln\left(\frac{1}{L}\right)^p}{\partial \ln\left(\frac{\sigma}{E}\right)} \bigg|_T = n - p \frac{\partial \ln L}{\partial \ln \sigma} \bigg|_T \quad (4.9)$$

de tal forma que para $n=2$, si $Q = Q_R$ entonces $p = 2$ y:

$$n(L) = 2 - 2 \frac{\partial \ln L}{\partial \ln \sigma} \bigg|_T \quad (4.10)$$

o si $Q = Q_{FG}$ entonces $p = 3$ y por tanto:

$$n(L) = 2 - 3 \frac{\partial \ln L}{\partial \ln \sigma} \bigg|_T \quad (4.11)$$

Así, cuando el tamaño de grano permanece estable durante los ensayos, $\Delta L = 0$ y por tanto $n_{ap} = 2$. Puesto que la derivada de L en la Ecuación 4.9 es negativa, al engrosar el tamaño de grano $n > 2$. A modo de ejemplo, utilizando la Ecuación 4.10 para la condición A10r05v-T6 a 400 °C, mostrada en la Figura 4.63, con valores de $\sigma_{0.2} = 10$ MPa (Tabla 4.9), $\sigma_{max} = 28$ MPa (Tabla 4.9), $n_{ap} = 2,5$ (Tabla 4.12) y con un tamaño de grano tras el ensayo de $\sim 3\mu m$ (Figura 4.27), se obtiene un tamaño de grano inicial predicho de $\sim 2,3\mu m$, el cual proporcionaría un valor de $n_{ap} = 2$.

Es interesante mencionar que, a pesar del incremento de n_{ap} , el crecimiento de grano durante el ensayo puede proporcionar una estabilidad extra de la deformación, permitiendo alcanzar elevados alargamientos ya que actúa retrasando la formación de la estricción final de manera similar a un endurecimiento por deformación.

De la misma manera que para $n(L)$, la expresión analítica para $Q = Q(L)$ se obtiene de su definición (Ecuación 2.6) y la ecuación constitutiva (Ecuaciones 1.3-4) tal y como muestra en la Ecuación 4.12:

$$Q(L) = nR \left. \frac{\partial \ln \left(\frac{\sigma}{E} \right)}{\partial \left(\frac{1}{T} \right)} \right|_{\dot{\epsilon}} = nR \left. \frac{\partial \ln \left(\frac{\dot{\epsilon}}{D} \right)^{1/n}}{\partial \left(\frac{1}{T} \right)} \right|_{\dot{\epsilon}} + nR \left. \frac{\partial \ln(L)^{-p}}{\partial \left(\frac{1}{T} \right)} \right|_{\dot{\epsilon}} = Q - n p R \left. \frac{\partial \ln L}{\partial \left(\frac{1}{T} \right)} \right|_{\dot{\epsilon}} \quad (4.12)$$

de tal forma que si $Q = Q_R$ entonces $p = 2$ y:

$$Q(L) = Q_R - 4 R \left. \frac{\partial \ln L}{\partial \left(\frac{1}{T} \right)} \right|_{\dot{\epsilon}} \quad (4.13)$$

o si $Q = Q_{FG}$ entonces $p = 3$ y por tanto:

$$Q(L) = Q_{FG} - 6 R \left. \frac{\partial \ln L}{\partial \left(\frac{1}{T} \right)} \right|_{\dot{\epsilon}} \quad (4.14)$$

Para el caso de Q en las ecuaciones 4.13 y 14, si el tamaño de grano permanece estable, $\Delta L = 0$ y entonces $Q_{ap} = Q_R$ o Q_{FG} . Sin embargo, al engrosar el tamaño de grano, $Q_{ap} > Q_R$ o Q_{FG} .

A modo de resumen del estudio de las propiedades mecánicas a intermedias y elevadas temperaturas se puede decir que el procesado por FSP de la aleación Al 7075 en los tres estados de precipitación estudiados ha permitido la obtención de microestructuras finas, y altamente desorientadas. Estas microestructuras han permitido la obtención de superplasticidad de alta velocidad de deformación ($\dot{\epsilon} \geq 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) a temperaturas más bajas de lo habitual. Así, por ejemplo, se han obtenido $e_F > 200\%$ a 10^{-2} s^{-1} a 250°C en los tres estados de precipitación de partida cuando se procesa en la condición C10r05v. Por último, para el posterior conformado superplástico a nivel industrial se recomienda como óptimo la condición C10r05v-O, puesto que posee $e_F > 200\%$ a 10^{-2} s^{-1} en un amplio rango de temperaturas, $230\text{-}370^\circ\text{C}$, así como tensiones de fluencia extremadamente bajas y valores de n_{ap} muy cercanos a 2 en el rango de temperaturas de operación del mecanismo de DFG a 10^{-2} s^{-1} . Además, el empleo del estado 7075-O es recomendable puesto que es similar al obtenido tras la

colada de la aleación, por lo que se evitan costosos tratamientos térmicos previos al procesado por FSP, como es el caso del tratamiento T6.

4.2.4. Validez del IC como parámetro de procesado por FSP en la determinación de la microestructura y las propiedades mecánicas

El Índice Calorífico (IC), así como la Energía Lineal (EL) son dos parámetros descritos para el procesado/soldadura por fricción batida (FSP/FSW) utilizados, en un principio, para diferenciar procesos *fríos* o *calientes* según el aporte energético por fricción determinado por las condiciones de procesado. En la Figura 4.64 se muestra el cociente entre temperatura pico en la zona batida y la temperatura de fusión, T/T_m (temperatura homóloga), frente al IC observado en la soldadura de chapas de 6,35 mm de espesor de diversas aleaciones de aluminio junto con la relación experimental propuesta, tal como inicialmente se designó [167, 168]. Asimismo, se ha incluido en verde la región de IC utilizados en la presente investigación. Se observa cómo en la zona de IC bajos, o de procesos fríos, existe una disminución de la temperatura homóloga al disminuir el IC más acusada que en la zona de IC altos, donde T/T_m es prácticamente constante. Puesto que la temperatura de procesado sigue básicamente una relación inversa a la tensión aplicada, si se pretende emplear el procesado como una técnica de DPS eficaz se debe procesar en la zona de IC bajos. Es decir, la severidad del procesado por FSP depende del IC y será mayor cuanto menor sea el IC, proporcionando un mayor afino microestructural. La práctica totalidad de los trabajos publicados hasta la fecha en FSP se realizan en la zona de IC medio-alto, obteniéndose tamaños de grano en el rango 2-7 μm [86, 129, 196-199]. En estos estudios prima la obtención de cordones sin defectos y bien consolidados. Sin embargo, la respuesta superplástica que estos tamaños de grano proporcionan, a $\dot{\epsilon} \sim 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $T > 400^\circ\text{C}$, están lejos de las temperaturas y velocidades de deformación atractivas para el conformado superplástico a nivel industrial ($\dot{\epsilon} \geq 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, $T < 350^\circ\text{C}$) [170]. Por tanto, la aplicabilidad del procesado por FSP en el conformado superplástico se verá impulsada si se consiguen alargamientos excepcionalmente altos, con tensiones de fluencia muy bajas a velocidades de deformación altas y temperaturas bajas. Para que estas propicias

condiciones se obtengan, la única posibilidad es la de obtener microestructuras con tamaño de grano más fino, tal como predice la ecuación constitutiva del mecanismo de DFG (Ecuaciones 1.3-4). Así, la zona de IC bajos es la adecuada para tal propósito, pues es donde se manifiesta más claramente una relación entre IC y la temperatura de procesado, imponiendo mayores valores de tensión de procesado al disminuir el IC, afinando la microestructura a tamaños por debajo de $1\ \mu\text{m}$.

Algunos estudios han puesto en duda el uso del IC y la EL como parámetros adecuados para describir las propiedades del material procesado. Este hecho es debido, como ya se ha indicado, a que la mayoría de estudios sobre FSW/FSP han sido realizados utilizando condiciones calientes, donde las variaciones de IC no alteran prácticamente la severidad impuesta [166, 200].

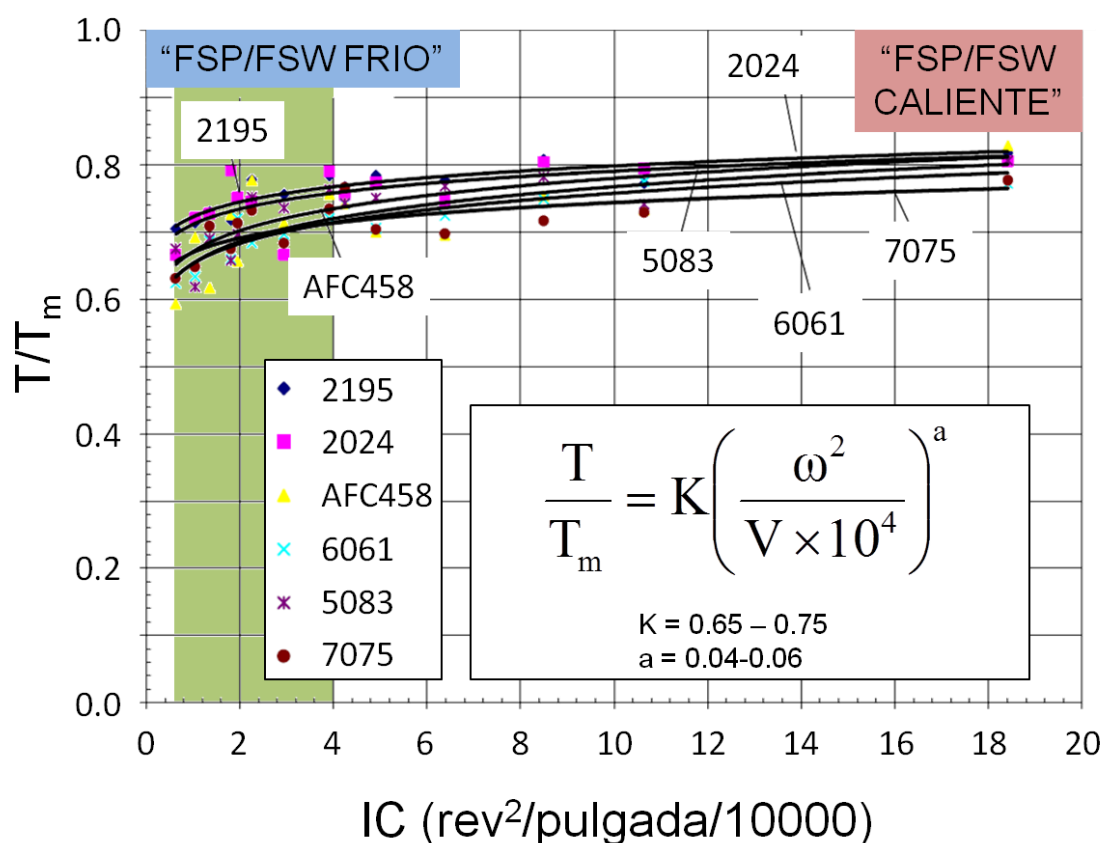


Figura 4.64. Representación de la razón T/T_m frente al IC observada en la soldadura mediante FSW de chapas de 6,35 mm de espesor de diversas aleaciones de aluminio. Se designan como procesos fríos aquellos situados en IC bajos, mientras que los situados en IC altos se designan como calientes [167, 168]. La región marcada en verde corresponde al intervalo de IC utilizado en la presente investigación.

En la Tabla 4.14 se muestran una serie de combinaciones de parámetros de soldadura por FSW y el límite elástico de la aleación Al 6161-T651 [200]. Los datos han sido ordenados de menor a mayor límite elástico (σ_y) para mostrar la evolución de la severidad del procesado. Los cordones de la Tabla 4.14 fueron obtenidos en la región correspondiente a los valores de intermedios y altos IC, donde el calor aportado al material es tan alto que no se consigue afinar la microestructura y donde los ciclos de recristalización dinámica se producen rápidamente. En esta región, el valor de la velocidad de avance (V) adquiere una gran relevancia, ya que determina la velocidad de extracción de calor. Por tanto, en estas condiciones, el parámetro EL parece reflejar mejor el comportamiento mecánico del material obtenido. Así en la Tabla 4.14 se observa dos grupos de condiciones, aquellos con $V = 100$ mm/min y aquellos con $V = 400$ mm/min, siendo el grupo de la mayor velocidad el que mayores σ_y proporciona, debido a la mejor extracción de calor y por tanto mayor severidad. Dentro de cada uno de los grupos queda reflejado que una menor EL (o menor IC) implica un mayor σ_y . Sin embargo, en el caso de seleccionar las combinaciones de ω -V con la misma EL = 4 se observa que el mayor σ_y se obtiene con el mayor IC, lo cual está en discordancia con el significado físico del IC. Por tanto, en el rango de FSW/FSP caliente la velocidad de avance V toma una especial relevancia por estar la extracción de calor limitada a que la herramienta se aleje cuanto antes de una determinada sección procesada para fijar una microestructura fina.

En la presente investigación se ha conseguido llevar el procesado por FSP al límite de severidad soportado por el material y la herramienta, a diferencia de lo reportado en la literatura, donde el exceso de aporte calorífico en pro de la obtención de cordones “perfectos” va en detrimento de la obtención de una microestructura ultrafina.

Tabla 4.14. Parámetros de soldadura por FSW y límite elástico de la aleación Al 6161-T651 [200].

ω (rpm)	V (mm/min)	IC (rev ² /mm)	EL (rev/mm)	σ_y (Mpa)
600	100	3600	6	114
400	100	1600	4	117
1600	400	6400	4	136
1200	400	3600	3	138
800	400	1600	2	141

De esta forma se ha trabajado en la zona de IC bajos (zona verde en Figura 4.64), sobre dos soportes, obteniendo microestructuras altamente desorientadas con tamaños de grano por debajo de $1\ \mu\text{m}$ que proporcionan una respuesta superplástica excepcional a elevada velocidad de deformación ($\dot{\epsilon} = 10^{-2}\ \text{s}^{-1}$) y menores temperaturas de lo habitual, llegando a obtener alargamientos por encima del 200% a temperaturas tan bajas como $250\ ^\circ\text{C}$. Así mismo, se ha evidenciado que las condiciones de procesado elegidas, siempre que se trabaje en condiciones realmente severas (IC bajos), influyen directamente en la microestructura y propiedades mecánicas del material procesado, demostrando la aplicabilidad del IC y la EL en la predicción del comportamiento del material sometido a FSW/FSP. En este rango, tal como muestra la Figura 4.64 el valor del IC funciona como un parámetro con significado físico, función de la temperatura de procesado, que permite relacionar la severidad con las propiedades microestructurales y mecánicas del material obtenido. Esto queda reflejado en las disminuciones de tamaño de grano (Figura 4.46), desorientación (Figura 4.47.b) y tensiones de fluencia (Figura 4.57) obtenidos a lo largo de la presente investigación al disminuir los valores de IC.

En resumen, mediante el procesado por FSP se han obtenido microestructuras finas y altamente desorientadas que han permitido la obtención de superplasticidad de alta velocidad de deformación e intermedias temperaturas en la aleación Al 7075. Se han evaluado los mecanismos de formación de la microestructura durante el procesado por FSP y su relación con los parámetros de procesado. Así mismo, el estudio de las propiedades mecánicas ha revelado superplasticidad a velocidades de deformación más altas y temperaturas más bajas de lo habitual. Así, por ejemplo, en la aleación procesada mediante la condición C10r05v-O se ha detectado $e_F > 200\%$ a $10^{-2}\ \text{s}^{-1}$ y $250\text{-}370\ ^\circ\text{C}$, con máximos alrededor de 550% a 300 y $350\ ^\circ\text{C}$. Adicionalmente, se han identificado los mecanismos de deformación operativos en la aleación a las condiciones de ensayo y su dependencia con parámetros microestructurales, tales como el tamaño de grano, la desorientación de las fronteras y el espaciado entre partículas, a su vez, fuertemente afectados por los parámetros de procesado. La utilización del IC como parámetro de procesado indicador de la severidad fue ratificado en el rango de condiciones estudiado. Además, el control microestructural alcanzado mediante el procesado por FSP para mejorar la respuesta superplástica de la aleación Al 7075 aumenta la viabilidad industrial de su conformado superplástico.

4.3. CONCLUSIONES DE LA ALEACIÓN AL 7075

Se ha procesado la aleación Al 7075 en tres estados de precipitación (7075-O, 7075-T6 y 7075-S) mediante FSP. Se han utilizado distintas velocidades de rotación y avance, relacionadas mediante el índice calorífico (IC). Así mismo se ha procesado sobre dos tipos de soporte con distintas velocidades de extracción de calor (soportes convencional y refrigerado con nitrógeno líquido). Las aleaciones de partida, así como los cordones procesados fueron caracterizados microestructural y mecánicamente a varias temperaturas de ensayo con el objeto de comparar las distintas condiciones de procesado en cada caso. Este estudio ha permitido obtener las siguientes conclusiones:

1. El tratamiento térmico utilizado para obtener cada estado de precipitación de partida logró modificar, según el caso, los precipitados endurecedores. Así, en el estado 7075-T6 los precipitados endurecedores son finos (<50 nm) y están distribuidos homogéneamente en el material a la menor distancia posible (40 – 100 nm), lo que se refleja en valores de dureza extremadamente elevados (2,15 GPa). Por otra parte, en el estado 7075-O se obtuvo el mayor engrosamiento de los precipitados posible, por lo que la distancia entre ellos aumenta considerablemente, proporcionando los mínimos valores de dureza medidos (0,89 GPa). En el caso del estado 7075-S, el tratamiento térmico logra incorporar una gran fracción de elementos en solución sólida. La distancia entre los precipitados se ve incrementada pero la presencia de elementos en solución sólida hace que la dureza se sitúe en valores intermedios (1,37 GPa). El tamaño de grano inicial de las aleaciones de partida se sitúa en aproximadamente 60-100 μm de largo por 10 μm de alto en el plano DL-DT.
2. Durante el procesado por FSP se produce una disolución parcial de los precipitados presentes. Tras el procesado se produce una reprecipitación determinada por el estado del material de partida y las condiciones de procesado.
3. Gracias al procesado por FSP se puede obtener microestructuras de granos finos y altamente desorientados. El menor tamaño de grano observado está en el rango 215-380 nm, logrado en la condición de procesado C07r10v, la más severa de las estudiadas. Además, el empleo de la técnica ACOM-MET tras el procesado por FSP reveló desorientaciones mínimas de $\sim 30^\circ$ y máximas de $\sim 40^\circ$.

4. El procesado por FSP consigue una aleatorización de la microestructura, reflejado en la gran variedad cromática presente en los mapas de orientaciones obtenidos mediante EBSD y ACOM-MET. Las figuras de polos obtenidas mediante EBSD muestran bajas intensidades y tan sólo puede intuirse la presencia de algunas componentes de cizalla. Mediante la información proporcionada por la técnica ACOM-MET se ha observado una relación entre tamaño de grano-desorientación-condiciones de procesado. Las condiciones más severas, con valores bajos de IC, proporcionan los menores tamaños de grano (215-380 nm) y los menores valores de desorientación media, pero relativamente elevados ($>30^\circ$). Al aumentar el IC aumentan al mismo tiempo tanto el tamaño de grano como la desorientación media. A los más elevados valores de IC, la desorientación satura en torno a 40° , valor muy cercano al teórico para una desorientación al azar en un sistema cristalino cúbico (41°), mientras el tamaño de grano sigue creciendo.
5. En las condiciones de menores IC, el afino microestructural logrado durante el procesado por FSP se atribuye a fenómenos de restauración dinámica. Sin embargo, en los mayores valores de IC la morfología microestructural se asocia a la aparición de ciclos de recristalización-endurecimiento, generando microestructuras menos finas ($\sim 1 \mu\text{m}$).
6. La aleación 7075 en los tres estados de partida, formada por granos de gran tamaño y reforzada con una dispersión de precipitados, deforma a elevada temperatura mediante el mecanismo de movimiento de dislocaciones a subestructura constante (asociado al exponente de la tensión $n=8$). Este mecanismo está caracterizado por la formación de una subestructura independiente de la tensión aplicada, determinada por la distancia entre partículas, λ_p .
7. En las aleaciones de partida, pese a deformar por el mecanismo de $n = 8$, los valores de exponente de la tensión aparente (n_{ap}) en las menores temperaturas de ensayo son superiores a 8 puesto que caen en la zona de ruptura de la ley potencial. Por el contrario, el gran crecimiento de λ_p a las más elevadas temperaturas de ensayo y bajas velocidades de deformación hace que n_{ap} tome valores menores a 8.
8. Durante la deformación a intermedias y altas temperaturas de las aleaciones procesadas por FSP se observaron elevados alargamientos a rotura (e_F), bajas tensiones de fluencia y valores del exponente de la tensión aparente n_{ap} tendiendo a 2. Estas respuestas a la deformación son propias de la operación del mecanismo de

deslizamiento de fronteras de grano (DFG), responsable de la deformación superplástica. El gran afino de grano obtenido mediante el procesado por FSP en la aleación Al 7075 en sus tres estados de partida permite la operación del mecanismo de DFG a temperaturas más bajas y velocidades de deformación más altas de lo habitual en aleaciones de aluminio. De esta forma, se han observado valores de $\epsilon_F > 200\%$ a 10^{-2} s^{-1} y a temperaturas tan bajas como 250°C . Asimismo los valores máximos de alargamiento obtenidos en diversas condiciones se han situado a 300 y 350°C en torno a 550 - 600% .

9. Según la ecuación constitutiva del mecanismo de DFG, la respuesta superplástica es mayor cuanto menor sea el tamaño de grano. Para un mismo IC, el mayor afino alcanzado utilizando el soporte refrigerado es del todo recomendable para la obtención de una respuesta superplástica en un amplio rango de temperaturas y a menores valores. La misma tendencia se obtiene al disminuir el tamaño de grano usando menores IC para un mismo tipo de soporte. En este sentido, las condiciones de procesado que combinan el menor IC y con el soporte refrigerado son candidatas a alcanzar los mayores alargamientos. Sin embargo, la posible formación de heterogeneidades durante el procesado por FSP en condiciones tan severas así como la menor desorientación media obtenida son las responsables de que los alargamientos no sean los máximos absolutos observados. No obstante, en estas condiciones, el intervalo de temperaturas en el que se obtienen $\epsilon_F > 200\%$ a 10^{-2} s^{-1} es el más ancho y situado a las menores temperaturas observadas, ~ 250 - 400°C .
10. Los parámetros n_{ap} y energía de activación aparente (Q_{ap}) obtenidos durante la operación del mecanismo de DFG son algo superiores a los valores esperados. Por un lado, los valores de la tensión en la región de fin de la ley potencial presentan, en general, valores de n_{ap} crecientes con la tensión. Por otro lado, n_{ap} y Q_{ap} aparecen influenciados por el incremento del tamaño de grano (L) durante los ensayos de tracción. Así, un aumento de L aumenta el valor de n_{ap} y el de Q_{ap} según las ecuaciones analíticas deducidas en la presente investigación.
11. El material procesado por FSP fuera de la ventana superplástica deforma según el mecanismo de subestructura constante ($n = 8$), al igual que el material de partida.
12. El uso del IC como parámetro que relaciona la severidad del procesado por FSP con la microestructura y posteriores propiedades mecánicas es válido en todo el rango de condiciones de procesado estudiadas. Este rango corresponde a la zona de IC

bajos, o condiciones frías, y es el recomendado para la utilización del procesado por FSP como una técnica de deformación plástica severa eficaz, afinando la microestructura y mejorando notablemente las propiedades mecánicas.

13. El control de la microestructura mediante el uso del parámetro IC y distintos soportes durante el procesado por FSP permite la obtención de una elevada respuesta superplástica. Así, la condición de procesado óptima sugerida para el posterior conformado superplástico es C10r05v-O, presentando $e_F > 200\%$ a 10^{-2} s^{-1} en el rango 250-370 °C. Además, se recomienda el uso del estado 7075-O, similar al obtenido tras la colada de la aleación, evitando costosos tratamientos térmicos previos al procesado por FSP, como el T6.

5. CONCLUSIONES GENERALES

5. CONCLUSIONES GENERALES

En la presente investigación se han procesado las aleaciones de aluminio Al-7%Si y Al 7075 mediante técnicas de deformación plástica severa (ECAP y FSP), introduciendo la mayor severidad posible. La caracterización microestructural y mecánica tras el procesado ha permitido extraer las siguientes conclusiones generales:

1. Ambos procesados consiguen modificar enormemente la microestructura de las aleaciones de partida, siendo muy eficaces en el afino microestructural, alcanzando valores de $\sim 200\text{nm}$. Así mismo, la desorientación media se ve incrementada, siendo especialmente notable el aumento conseguido mediante FSP, llegando a alcanzar valores cercanos al teórico para una desorientación al azar en un sistema cúbico cristalino (41°).
2. La aleación Al-7%Si presenta Si en solución sólida sobresaturada tras la colada, cuya fina precipitación tiene lugar, parcial o totalmente en función de las condiciones de procesado por ECAP y FSP. Estos precipitados contribuyen al proceso de afino microestructural fijando las fronteras de (sub)grano.
3. La aleación Al-7%Si mostró elevada resistencia a intermedias y altas temperaturas gracias a la operación del mecanismo de deformación de movimiento de dislocaciones a subestructura constante, caracterizado principalmente por la formación de una subestructura independiente de la tensión aplicada, determinada por la distancia entre partículas (λ_p). Los finos precipitados provenientes de la solución sólida sobresaturada en la aleación Al-7%Si poseen una baja estabilidad a las temperaturas de ensayo estudiadas, aumentando el valor de λ_p . Este incremento en λ_p provoca que disminuyan los valores de tensión y de n_{ap} y aumenten los de Q_{ap} aún deformando mediante este mecanismo de subestructura constante. En la presente investigación se han deducido las expresiones analíticas que permiten predecir las variaciones $n=n(\lambda)$ y $Q=Q(\lambda)$ cuando dicho mecanismo es operativo.
4. La aleación Al 7075 se procesó mediante FSP buscando la mayor severidad de procesado posible. Para ello se comparó el efecto del procesado sobre un soporte convencional y uno refrigerado, así como distintas condiciones iniciales de la aleación y de parámetros de procesado, siempre hacia valores de índice calorífico (IC) extremadamente bajos, obteniéndose microestructuras finas en el rango 0,2-1

μm. El empleo de la técnica ACOM-MET permitió observar una relación entre tamaño de grano-desorientación-condiciones de procesado.

5. El estudio de las propiedades mecánicas a intermedias y elevadas temperaturas en la aleación Al 7075 procesada por FSP reveló la operación del mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano (DFG). El afino de grano obtenido al disminuir el IC y el uso del soporte refrigerado permite la operación del mecanismo de DFG a temperaturas más bajas y velocidades de deformación más altas de lo habitual en aleaciones de aluminio, proporcionando valores de $e_F > 200\%$ a 10^{-2} s^{-1} y a temperaturas tan bajas como 250 °C. Asimismo los valores máximos de alargamiento obtenidos en diversas condiciones se han situado a 300 y 350°C en torno a 550-600%.
6. La utilización del IC como parámetro que relaciona la severidad del procesado por FSP con la microestructura y posteriores propiedades mecánicas es válido en el rango de condiciones estudiadas. Este rango cae a la zona de IC bajos, recomendados para la utilización del procesado por FSP como una técnica de deformación plástica severa eficaz.

6. TRABAJOS FUTUROS

6. TRABAJOS FUTUROS

ALEACIÓN Al-7%Si

- Incremento del número de pasadas en el procesado por ECAP: el sistema de ECAP utilizado permitió obtener un número máximo de pasadas de 8 antes de que las probetas se agrietasen. La utilización de un sistema con *back-press*, que confine aún más la probeta en el canal podría permitir alcanzar un número mayor de pasadas, con el fin de obtener una homogeneización microestructural aun mayor.
- Búsqueda de nuevas condiciones de procesado por FSP: la baja conformabilidad de la aleación Al-7%Si presenta un verdadero reto a la hora de procesarla por FSP. Para ampliar la horquilla de procesado se podría realizar un estudio de la viabilidad de uso de distintas herramientas, que generen un flujo más complejo así como la utilización de distintas velocidades de extracción de calor.
- Utilización de distintas composiciones: la forma y tamaño de las partículas pertenecientes al eutéctico tienen un papel negativo en las propiedades mecánicas. Por tanto, la adición de modificadores microestructurales durante la colada, tales como Sr o mayores cantidades de Na, facilitaría la obtención de partículas de Si eutéctico más redondeadas y de menores tamaños. Así mismo, dada la inestabilidad térmica de los precipitados finos de Si provenientes de la solución sólida sobresaturada, la adición de elementos aleantes formadores de precipitados más estables ayudaría a fijar las fronteras.

ALEACIÓN Al 7075

- Utilización de nuevas herramientas: pese al éxito del procesado por FSP de la aleación Al 7075 en la presente investigación, todavía podrían obtenerse tamaños de grano más fino con la utilización de una herramienta refrigerada. Así mismo, de cara al escalado a nivel industrial, se podría utilizar herramientas de mayor diámetro, que ahorren tiempo al procesar un mayor volumen de material por cordón.

- Registro preciso de las temperaturas de procesado: la medida de la temperatura en las distintas regiones de procesado plantea un reto tecnológico con suficiente interés científico y tecnológico como para llevarse a cabo en un futuro cercano. Para ello se requiere la utilización de termopares especiales u otras técnicas que registren con precisión variaciones extremadamente grandes de la temperatura en intervalos de tiempo muy cortos. Otra posibilidad sería la de diseñar herramientas que incorporen sistemas de registro de la temperatura.
- Predicción y modelización de la formación de la nueva microestructura durante el procesado: la utilización de datos de temperatura junto con el registro de las fuerzas impuestas por el equipo durante el procesado ayudarían a la modelización de la formación de la microestructura. Los modelos derivados de este estudio ayudarían a obtener un procesado óptimo en tiempo real durante la realización del primer cordón, tema de enorme interés industrial.
- Modelización de la ecuación constitutiva del mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano en función de la variación del tamaño de grano durante los ensayos.
- Escalado industrial del procesado por FSP: una de las ventajas del procesado por FSP es su versatilidad en cuanto a la posibilidad de modificar la microestructura de una determinada zona de una pieza a procesar. No obstante, también puede ser aplicada a toda la pieza mediante el procesado de cordones solapados. Estas condiciones también deben ser optimizadas en un futuro.

7. BIBLIOGRAFÍA

7. BIBLIOGRAFÍA

- [1] H.E. Suess, H.C. Urey, *Rev. Mod. Phys.* 28 (1956) 53.
- [2] <http://www.world-aluminium.org/statistics>
- [3] ASM Metals HandBook Vol.2, Properties and selection: Nonferrous alloys and special-purpose materials, 1990, 2nd Edition, ASM International.
- [4] J.G. Kaufman, E.L. Roy, *Aluminum Casting Alloys. Properties, Processes and Applications*, American Foundry Society, ASM International, Materials Park, OH, 2004.
- [5] Y.C. Lee, A.K. Dahle, D.H. StJohn, J.E.C. Hutt, *Mater. Sci. Eng. A* 259 (1999) 43-52.
- [6] C. M. Dinnis, A. K. Dahle, J. A. Taylor, *Mater. Sci. Eng. A* 392 (2005) 440-448.
- [7] S. Khan, A. Ourdjini, Q.S. Hamed, M.A. Alam Najafabadi, R. Elliott, *J. Mater. Sci.* 28 (1993) 5957-5962.
- [8] P.R. Goulart, J.E. Spinelli, W.R. Osorio, A. Garcia, *Mater. Sci. Eng. A* 421 (2006) 245-253.
- [9] M.F. Hafiz, T. Kobayashi, *Scripta Metall. Mater.* 30 (1994) 475-480.
- [10] C.H. Cáceres, C.J. Davidson, J.R. Griffiths, *Mater. Sci. Eng. A* 197 (1995) 171-179.
- [11] J.M. García-Infanta, A.P. Zhilyaev, C.M. Cepeda-Jiménez, O.A. Ruano, F. Carreño, *Scripta Mater.* 58 (2008) 138-141.
- [12] H. Shi, D. Lu, H. Gong, R. Zhou, *Adv. Mater. Res.* 472-475 (2012) 323-327.
- [13] A. Orozco-Caballero, S.K. Menon, C.M. Cepeda-Jiménez, P. Hidalgo-Manrique, T.R. McNelley, O.A. Ruano, F. Carreño, *Mater. Sci. Eng. A* 612 (2014) 162-171.
- [14] J-P. Immarigeon, R.T. Holt, A.K. Koul, L. Zhao, W. Wallace, J.C. Beddoes, *Mater. Charact.* 35 (1995) 41-67.
- [15] E.A. Starke Jr., J.T. Staley, *Prog. Aerosp. Sci.* 32 (1996) 131-172.
- [16] M.Conserva, M.Buratti, E.Di Russo, F.Gatto, *Mater. Sci. Eng.* 11 (1973) 103-112.
- [17] M.W. Mahoney, C.G. Rhodes, J.G. Flintoff, R.A. Spurling, W.H. Bingel, *Metall. Mater. Trans. A* 29 (1998) 1955-1964.
- [18] A. Goloborodko, T. Ito, X. Yun, Y. Motohashi, G. Itoh, *Mater. Trans.* 45 (2004) 2503-2508.
- [19] S. Lim, S. Kim, C.-G. Lee, S.J. Kim, *Met. Mater. Int.* 11 (2005) 113-120.

- [20] K. Mroczka, A. Wójcicka, A. Pietras, J. Mater. Eng. Perform. 22 (2013) 2698-2705.
- [21] S.D. Ji, Y.Y. Jin, Y.M. Yue, S.S. Gao, Y.X. Huang, L. Wang, J. Mater. Sci. Technol., 29 (2013) 955-960.
- [22] F. Cioffi, J.I. Hidalgo, R. Fernández, T. Pirling, B. Fernández, D. Gesto, I. Puente Orench, P. Rey, G. González-Doncel, Acta Mater. 74 (2014) 189-199.
- [23] L. Jin-feng, P. Zhuo-wei, L. Chao-xing, J. Zhi-quiang, C. Wen-jing, Z. Zi-qiao, T. Nonferr. Metal. Soc. 18 (2008) 755-762.
- [24] H.V. Atkinson, K. Burke, G. Vaneetveld, Mater. Sci. Eng. A 490 (2008) 266-276.
- [25] J.C. Williams, E.A. Starke Jr., Acta Mater. 51 (2003) 5775-5799.
- [26] E.O. Hall, Proc. Phys. Soc. London B, 64 (1951) 747-753.
- [27] N.J. Petch, J. Iron Steel Inst., 174 (1953) 25.
- [28] J.L. González, Metalurgia Mecánica, Editorial Limusa, México DF, 2003.
- [29] R.L. Fleischer, Acta Metall. 11 (1963) 203-209.
- [30] J.E. Hatch, Aluminum: Properties and Physical Metallurgy, ASM Metals Park, Ohio, 1984.
- [31] M.F. Ahby, D.R.H. Jones, Engineering Materials 1, An introduction to their properties and applications, 2nd Edition, Butterworth Heinemann, 2002.
- [32] P.W. Bridgman Phys. Rev. 48 (1935), 825-847.
- [33] N.A. Smirnova, V.I. Levit, V.I. Pilyugin, R.I. Kuznetsov, L.S. Davydova, V.A. Sazonova, Phys. Met. Metallogr. (USSR) 61 (1986) 1170-1177.
- [34] Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai, R.G. Hong. Scripta Mater. 9 (1998) 1221-1227.
- [35] V.M. Segal, V.I. Reznikov, A.E. Drobyshevskiy, V.I. Kopylov, Russ. Metal. (1981) 99-105.
- [36] R.S. Mishra, M.W. Mahoney, S.X. McFadden, N.A. Mara, A.K. Mukherjee, Scripta Mater. 42 (2000) 163-168.
- [37] R.S. Mishra, M.W. Mahoney, Superplasticity in Advanced Materials, ICSAM-2000 357-3 (2001) 507-512.
- [38] N. Saito, I. Shigematsu, T. Komaya, T. Tamaki, G. Yamauchi, M. Nakamura, J. Mater. Sci. Eng. Lett. 20 (2001) 1913-1915.
- [39] R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Prog. Mater. Sci. 51 (2006) 881.

- [40] Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, *Scripta Mater.* Vol. 35 (1996) pp. 143-146.
- [41] V.M. Segal, *Mater. Sci. Eng. A* 197 (1995) 157-164.
- [42] M. Furukawa, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, *Mater. Sci. Eng. A* 257 (1998) 328-332.
- [43] W.M. Thomas, E.D. Nicholas, J.C. Needham, M.G. Murch, P. Templesmith, and C.J. Dawes, G.B. Patent 9125978.8, Dec 1991.
- [44] Friction Stir Welding and Processing R.S. Mishra, M.W. Mahoney, ASM International, 2007.
- [45] M. Collier, R. Steel, T. Nelson, C. Sorensen, S. Packer, Grade Development of Polycrystalline Cubic Boron Nitride for Friction Stir Processing of Ferrous Alloys, *Proceedings of the Fourth International Conference on Friction Stir Welding*, May 14–16, (2003) (Park City, UT), TWI.
- [46] T.J. Lienert, W.L. Stellwag, Jr., B.B. Grimmer, and R.W. Warke, Friction Stir Welding Studies on Mild Steel, *Weld. J.*, Jan (2003), 1-9.
- [47] A.J. Leonard, S.A. Lockyer, Flaws in Friction Stir Welds, *Proceedings of the Fourth International Conference on Friction Stir Welding*, May 14-16, 2003 (Park City, UT), TWI.
- [48] J. Gil Sevillano, P. van Houtte, E. Aernoudt, *Prog. Mater. Sci.* 25 (1980) 69-412.
- [49] O.A. Kaibyshev, F.Z. Utyashev, Superplasticity: microstructural refinement and superplastic roll forming, Futurepast, Arlington, VA, 2005.
- [50] I. Sabirov, O. Kolednik, R. Z. Valiev, R. Pippan, *Acta Mater.* 53 (2005) 4919-4930.
- [51] T. M. Lillo, *Mater. Sci. Eng. A* 410 (2005) 443-446.
- [52] C.M. Cepeda-Jiménez, A. Orozco-Caballero, J.M. García-Infanta, A.P. Zhilyaev, O.A. Ruano, F. Carreño, *Mater. Sci. Eng. A* 597 (2014) 102–110.
- [53] R.Z.Valiev, *Mater. Sci. Eng. A* 234-236 (1997) 59-66.
- [54] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, *Prog. Mater. Sci.* 45 (2000), 103-189.
- [55] N. Tsuji, Y. Ito, Y. Saito, Y. Minamino, *Scripta Mater.* 47 (2002) 893-899.
- [56] A. Yamashita, Z. Horita, T.G. Langdon, *Mater. Sci. Tech.* 300 (2001) 142-147.
- [57] Y.H. Zhao, X.Z. Liao, Z. Jin, R.Z. Valiev, Y.T. Zhu, *Acta Mater.* 52 (2004) 4585-4599.

- [58] O. Ruano, O. Sherby, *Rev Met. CENIM* 19 (1983) 261–270.
- [59] O.A. Ruano, O.D. Sherby, *Rev. Phys. Appl.* 23 (1988) 625–637.
- [60] A.J. Barnes, *J. Mater. Sci. Eng. Perform.* 16 (2007) 440–454.
- [61] J. Waldman, H. Sulinski, H. Markus, *Metall. Trans.* 5 (1974) 573–584.
- [62] J.A. Wert, N.E. Paton, C.H. Hamilton, M.W. Mahoney, *Metall. Trans. A* 12 (1981) 1267–1276.
- [63] N.E. Paton, C.H. Hamilton, J. Wert, M. Mahoney, *J. Met.* 34 (1982) 21–27.
- [64] J. Xinggang, W. Qinglin, C. Jianzhong, M. Longxiang, *J. Mater. Sci.* 28 (1993) 6035–6039.
- [65] J.M. García-Infanta, A.P. Zhilyaev, A. Sharafutdinov, O.A. Ruano, F. Carreño, J. Alloy Compd. 473 (2009) 163–166.
- [66] C.M. Cepeda-Jiménez, J.M. García-Infanta, O.A. Ruano, F. Carreño, J. Alloy Compd. 509 (2011) 9589–9597.
- [67] A. Orozco-Caballero, C.M. Cepeda-Jiménez, P. Hidalgo-Manrique, P. Rey, D. Gesto, D. Verdera, O.A. Ruano, F. Carreño, *Mater. Chem. Phys.* 142 (2013) 182–185.
- [68] P. Hidalgo-Manrique, C.M. Cepeda-Jiménez, A. Orozco-Caballero, O.A. Ruano, F. Carreño, *Mater. Sci. Eng. A* 606 (2014) 434–442.
- [69] O.D. Sherby, P.M. Burke, *Prog. Mater. Sci.* 13 (1968) 325–390.
- [70] A. Ball, M.M. Hutchinson, *Met. Sci. J.* 3 (1969) 1–6.
- [71] M.F. Ashby, R.A. Verrall, *Acta Metall.* 21 (1973) 149–163.
- [72] F.R.N. Nabarro, *Phil. Mag. A* 16 (1967) 231–237.
- [73] C. Herring, *J. Appl. Phys.* 21 (1951) 437–445.
- [74] R.L. Coble, *J. Appl. Phys.* 34 (1963) 1679.
- [75] O.A. Ruano, J. Wadsworth, O.D. Sherby, *Acta Metall.* 36 (1988) 1117–1128.
- [76] T.G. Langdon, *Phil. Mag.* 22 (1970) 689–700.
- [77] A.K. Mukherjee, *Mater. Sci. Eng.* 8 (1971) 83–89.
- [78] R.C. Gifkins, *Metall. Trans. A* 7 (1976) 1225–1232.
- [79] J. Weertman, *J. Appl. Phys.* 28 (1957) 1185–1191.
- [80] M.A. Kulas, W.P. Green, E.M. Taleff, P.E. Krajewski, T.R. McNelley, *Metall. Mater. Trans. A* 36A (2005) 1249.
- [81] E.M. Taleff, W.P. Green, M.A. Kulas, T.R. McNelley, P.E. Krajewski, *Mater. Sci. Eng. A* 410–411 (2005) 32–37.

- [82] M.A. Kulas, W.P. Green, E.M. Taleff, P.E. Krajewski, T.R. McNelley, *Metall. Mater. Trans. A* 37A (2006) 645.
- [83] O.D. Sherby, R.H. Klundt, A.K. Miller, *Metall. Trans. A* 8 (1977) 843-850.
- [84] G.R. Canova, U.F. Kocks, J.J. Jonas, *Acta Metall.* 32 (1984) 211-226.
- [85] S. Li, I. J. Beyerlein, M.A.M. Bourke, *Mater. Sci. Eng. A* 394 (2005) 66-77.
- [86] D.P. Field, T.W. Nelson, Y. Hovanski, K.V. Jata, *Metall. Mater. Trans. A* 32 (2001) 2869-2877.
- [87] K. Oh-Ishi, A.P. Zhilyaev, T.R. McNelley, *Metall. Mater. Trans. A* 37 (2006) 2239-2251.
- [88] W. Woo, H. Choo, D.W. Brown, S.C. Vogel, P.K. Liaw, Z. Feng, *Acta Mater.* 54 (2006) 3871-3882.
- [89] U.F.H.R. Suhuddin, S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa, *Mater. Sci. Eng. A* 527 (2010) 1962-1969.
- [90] A. Gholinia, P. Bate, P.B. Prangnell, *Acta Mater.* 50 (2002) 2121-2136.
- [91] S.D. Terhune, D.L. Swisher, K. Oh-ishi, Z. Horita, T.G. Langdon, T.R. McNelley, *Metall. Mater. Trans. A* 33A (2002) 2173.
- [92] I.J. Beyerlein, R.A. Lebensohn, C.N. Tome, *Mater. Sci. Eng. A* 345 (2003) 122-138.
- [93] K. Oh-ishi, A.P. Zhilyaev, T.R. McNelley, *Mater. Sci. Eng. A* 410-411 (2005) 183-187.
- [94] S. Li, I. J. Beyerlein, M.A.M. Bourke, *Mater. Sci. Eng. A* 394 (2005) 66-77.
- [95] S. Li, I.J. Beyerlein, D.J. Alexander, S.C. Vogel, *Acta Mater.* 53 (2005) 2111-2125.
- [96] S. Li, I.J. Beyerlein, M.A.M. Bourke, *Mater. Sci. Eng. A* 394 (2005) 66-77.
- [97] A. Salem, T.G. Langdon, T.R. McNelley, S.R. Kalidindi, S.L. Semiatin, *Metall. Mater. Trans. A* 37A (2006) 2879-2891.
- [98] A. P. Zhilyaev, K. Oh-ishi, G. I. Raab, T. R. McNelley, *Mater. Sci. Eng. A* 441 (2006) 245-252.
- [99] A.P. Zhilyaev, K. Oh-ishi, G.I. Raab, T.R. McNelley, *Mater. Sci. Forum* 503-504 (2006) 63-70.
- [100] A.P. Zhilyaev, D.L. Swisher, K. Oh-ishi, T.G. Langdon, T.R. McNelley, *Mater. Sci. Eng. A* 429 (2006) 137-148.
- [101] E.A. El-Danaf, *Mater. Sci. Eng. A* 492 (2008) 141-152.

- [102] I.J. Beyerlein, L.S. Tóth, *Prog. Mater. Sci.* 54 (2009) 427–510.
- [103] J.M. García-Infanta, S. Swaminathan, F. Carreño, O.A. Ruano and T.R. McNelley, *Scripta Mater.* 58 (2008) 138–141.
- [104] J.M. García-Infanta, S. Swaminathan, A.P. Zhilyaev, F. Carreño, O.A. Ruano, T.R. McNelley, *Mater. Sci. Eng. A* 485 (2008) 160–175.
- [105] I. Gutierrez-Urrutia, M.A. Muñoz-Morris, I. Puertas, C. Luis, D.G. Morris, *Mater. Sci. Eng. A* 475 (2008) 268–278.
- [106] M.A. Muñoz Morris, I. Gutierrez-Urrutia, D.G. Morris, *Mater. Sci. Eng. A* 493 (2008) 141–147.
- [107] J.M. García-Infanta, S. Swaminathan, C.M. Cepeda-Jiménez, T.R. McNelley, O.A. Ruano, F. Carreño, *Journal of Alloys and Compounds* 478 (2009) 139–143.
- [108] J. M. García-Infanta, A. P. Zhilyaev, F. Carreño, O. A. Ruano, J. Q. Su, S. K. Menon, T. R. McNelley, *J Mater Sci* 45 (2010) 4613-4620.
- [109] A.P. Zhilyaev, J.M. García-Infanta, F. Carreño, T.G. Langdon, O.A. Ruano, *Scripta Mater.* 57 (2007) 763-765.
- [110] C.M. Cepeda-Jiménez, J.M.García-Infanta, A.P.Zhilyaev, O.A.Ruano, F.Carreño, *J. Alloy. Compd.* 509 (2011) 636-643.
- [111] K. Venkateswarlu, V. Rajinikanth, M.K. Sen, S.N. Alhajeri, T.G. Langdon, *Mater. Sci. Forum* 667-669 (2011) 743-748.
- [112] C.M. Cepeda-Jiménez, J.M.García-Infanta, A.P.Zhilyaev, O.A.Ruano, F.Carreño, *Mater. Sci. Eng. A* 528 (2011) 7938-7947.
- [113] T. Mungole, N. Nadammal, K. Dawra, P. Kumar, M. Kawasaki, T.G. Langdon, J. *Mater. Sci.* 48 (2013) 4671-4680.
- [114] R. Ferragut, P.V. Liddicoat, X.-Z. Liao, Y.-H. Zhao, E.J. Lavernia, R.Z. Valiev, A. Dupasquier, S.P. Ringer, *J. Alloy Compd.* 495 (2010) 391–393.
- [115] S. Sabbaghianrad, M. Kawasaki, T.G. Langdon, *J. Mater. Sci.* 47 (2012) 7789-7795.
- [116] P. Hidalgo, C.M. Cepeda-Jiménez, O.A. Ruano, F. Carreño, *Mater. Sci. Forum* 638-642 (2010) 1929-1933.
- [117] Y. Wang, X. Ren, B. Wang, H. Hou, *Chin. J. Rare Met.* 36 (2012) 830-834.
- [118] P. Hidalgo-Manrique, C.M. Cepeda-Jiménez, O.A. Ruano, F. Carreño, *Mater. Sci. Eng. A* 556 (2012) 287-294.

- [119] P. Hidalgo, C.M. Cepeda-Jiménez, A. Orozco-Caballero, O.A. Ruano, F. Carreño, *J. Mater. Sci.* 49 (2014) 833-841.
- [120] Z. Horita, T. Fujinami, M. Nemoto, T.G. Langdon, *J. Mater. Sci. Technol.* 117 (2001) 288-292.
- [121] Y.H. Zhao, X.Z. Liao, Y.T. Zhu, R.Z. Valiev, *J. Mater. Res.* 20 (2005) 288-291.
- [122] K. Turba, P. Málek, E.F. Rauch, F. Robaut, M. Cieslar, *Int. J. Mater. Res.* 100 (2009) 851-857.
- [123] C.M. Cepeda-Jiménez, J.M. García-Infanta, O.A. Ruano, F. Carreño, *J. Alloy. Compd.* 509 (2011) 8649-8656.
- [124] P. Málek, K. Turba, M. Cieslar, P. Hrcuba, *Int. J. Mater. Res.* 104 (2013) 3-10.
- [125] R.S. Mishra, M.W. Mahoney, S.X. McFaden, N.A. Mara, A.K. Mukherjee, *Scripta Mater.* 42 (1999) 163-168.
- [126] A. Dutta, I. Charit, L.B. Johanes, R.S. Mishra, *Mater. Sci. Eng. A* 395 (2005) 173-179.
- [127] L.B. Johanes, R.S. Mishra, *Mater. Sci. Eng. A* 464 (2007) 255-260.
- [128] Z.Y. Ma, R.S. Mishra, F.C. Liu, *Mater. Sci. Eng. A* 505 (2009) 70-78.
- [129] Z.Y. Ma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, *Acta Mater.* 50 (2002) 4419-4430.
- [130] W. M. Thomas, E. D. Nicholas and S. D. Smith, *Friction Stir Welding- Tool Developments, Aluminum 2001, Proceedings of the TMS 2001 Aluminum Automotive and Joining Sessions*, S. K. Das, J.G. Kaufman and T.J. Lienert, Ed. TMS, 2001, p213.
- [131] W. M. Thomas et al., *Friction Stir Welding*, U.K. Patent Application 2, 306, 366 Oct 17, 1996.
- [132] V. Randle, O. Engler, *Introduction to Texture Analysis. Macrotexture, Microtexture & Orientation Mapping*, Gordon and Breach Science Publisher, Amsterdam, 2000.
- [133] S. Zaefferer, *J. Appl. Cryst.* (2000).33 , 10-25.
- [134] E. F. Rauch, M. Veron, *J. Mater. Sci. Eng. Tech.* 36 (2005), 552–556.
- [135] E.F. Rauch, L. Dupuy, *Arch. Metall. Mat.* 50 (2005) 87-99.
- [136] G. Shigesato, E.F. Rauch, *Mater. Sci. Eng. A* 462 (2007) 402–406.
- [137] E. F. Rauch, S. Rouvimov, S. Nicolopoulos, P. Moeck, *Microsc. Microanal.* 15 (2009) Supplement S2, 756-757.

- [138] P. Moeck, S. Rouvimov, E. F. Rauch, M. Véron, H. Kirmse, I. Häusler, W. Neumann, D. Bultreys, Y. Maniette, and S. Nicolopoulos, *Cryst. Res. Technol.* 46 (2011) 589-606.
- [139] W. C. Oliver, G. M. Pharr, *J. Mater. Res.*, Vol. 7, No. 6, June 1992 1564-1583.
- [140] W. C. Oliver, G. M. Pharr, *J. Mater. Res.*, Vol. 19, No. 1, Jan 2004.
- [141] W. Köster, *Z. Metallkd.* 39 (1948) 1-9.
- [142] M.M. Makhlof, H.V. Guthy, *J. Light Metal.* 1 (2001) 199–218.
- [143] P.D. Lee, A. Chirazi, D. See, *J. Light Metal.* 1 (2001) 15-30.
- [144] F.N. Rhines, *Rev. Metal* 22 (1986) 3-35.
- [145] J.K. Mackenzie, *Biometrika* 45 (1958) 229.
- [146] Z.Y. Ma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, *Scripta Mater.* 50 (2004) 931–935.
- [147] J.-C. Kim, Y. Nishida, H. Arima, T. Ando, *Mater. Lett.* 57 (2003) 1689–1695.
- [148] A.H. Feng, B.L. Xiao, Z.Y. Ma, and R.S. Chen, *Met. Mat. Trans. A* 40A (2009) 2447-2456.
- [149] E.A. El-Danaf, M.M. El-Rayes, M.S. Soliman, *Mater. Design* 31 (2010) 1231–1236.
- [150] William J. Arbogast, *Scripta Mater.* 58 (2008) 372–376.
- [151] S. Tutunchilar, M. Haghpanahi, M.K. Besharati Givi, P. Asadi, P. Bahemmat, *Mater. Design* 40 (2012) 415–426.
- [152] Z.Y. Ma, S.R. Sharma, R.S. Mishra, *Mater. Sci. Eng. A* 433 (2006) 269-278.
- [153] I. Gutierrez-Urrutia, M.A. Muñoz-Morris, D.G. Morris, *Acta Mater.* 55 (2007) 1319-1330.
- [154] J. Lin, O.D. Sherby, *Res Mechanica* 2 (1981) 251-293.
- [155] C. Zener, quoted by C.S. Smith, *Trans. Metall. Soc. AIME* (1948) 175:15.
- [156] F.J. Humphreys, *Acta Mater.* 45 (1997) 5031-5039.
- [157] P. Hidalgo-Manrique, C. M. Cepeda-Jiménez, A. Orozco-Caballero, O. A. Ruano, F. Carreño, *J. Mater. Sci.* 49 (2014) 833-841.
- [158] J.Hjelen, R.Ørsund, E.Nes, *Acta Metall. Mater.* 39 (1991)1377-1404.
- [159] D. A. Hughes, N. Hansen, *Acta Mater.* Vol. 45, No. 9 (1997) pp. 3871-3886.
- [160] D. Caillard, J.L.Martin, *Rev. Phys. Appl.* 22 (1987) 169-183.
- [161] T.S. Lundy, J.F. Murdock, *J. Appl. Phys.* 33 (1962) 1671.
- [162] Y. Birol, *J. Alloy Comp.* 439 (2007) 81–86.
- [163] F. Carreño and O. A. Ruano, *Acta mater.* 46 (1998) 159-167.

- [164] F. Carreño, O. A. Ruano, *Met. Mat. Tran. A* 30 (1999) 371-376.
- [165] F. Carreño, O.A. Ruano, *Rev. Metal. Madrid* 37 (2001) 215-219.
- [166] I. Charit and R.S. Mishra, *Scripta Mater.* 58 (2008) 367-371.
- [167] W.J. Arbegast, P.J. Hartley, *Proceedings of the Fifth International Conference of Trends in Welding Research*, Pine Mountain, GA, June 1-5, 1998, p. 541.
- [168] W.J. Arbegast, *Hot deformation of aluminum alloys III*, TMS Annual Meeting, San Diego, CA, USA (2003) 313-327.
- [169] R. Ayer, J.Y. Koo, J.W. Steeds, B.K. Park, *Metall. Trans. A* 16 (1985) 1925-1936.
- [170] JIS H 7007 Glossary of Terms Used in Metallic Superplastic Materials, Japanese Standards Association, Tokyo, 1995.
- [171] F.J. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Elsevier, Oxford, 2004.
- [172] P.B. Prangnell, C.P. Heason, *Acta Mater.* 53 (2005) 3179-3192.
- [173] J. A. del Valle and O. A. Ruano, *Mater. Sci. Tech.* 24 (2008) 1238-1244.
- [174] S.K. Chimbli, D.J. Medlin, W.J. Arbegast, *4th Symposium on Friction Stir Welding and Processing*, TMS Annual Meeting (2007) 135-142.
- [175] T.B. Massalski, J.L. Murray, L.H. Bennett, H. Baker, *Binary Alloy Phase Diagrams. Volumen 1*, American Society for Metals, Ohio, 1986.
- [176] V.V. Stolyarov, V.V. Latysh, V.A. Shundalov, D.A. Salimonenko, R.K. Islamgaliev, R.Z. Valiev, *Mater. Sci. Eng. A* 234-236 (1997) 339-342.
- [177] J.-Q. Su, T.W. Nelson, R. Mishra, M. Mahoney, *Acta Mater.* 51 (2003) 713-729.
- [178] R. DeIasi, P.N. Adler, *Metall. Mater Trans. A* 8 (1977) 1177-1183.
- [179] C.G. Rhodes, M.W. Mahoney, W.H. Bingel, R.A. Spurling and C.C. Bampton, *Scripta Materialia*. Vol. 36. No.1 (1997) 69-75.
- [180] J.-Q. Su, T. W. Nelson, C. J. Sterling, *Mater. Sci. Eng. A* 405 (2005) 277-286.
- [181] H.J. McQueen, E. Evangelista, M.E. Kassner, *Z. Metallkd* 82 (1991) 336.
- [182] J.J. Jonas, C.M. Sellars, W.J.M. Tegart, *Metall. Rev.* 130 (1969) 1.
- [183] C. Zener, J.H. Hollomon, *J. Appl. Phys.* 15 (1944) 22.
- [184] R.A. Petković, M.J. Luton, J.J. Jonas, *Can. Metall. Quart.* 14 (1975) 137-145.
- [185] H.E. Hu, L. Zhen, L. Yang, W.Z. Shao, B.Y. Zhang, *Mater. Sci. Eng. A* 488 (2008) 64-71.
- [186] M.R. Rokni, A. Zarei-Hanzaki, Ali A. Roostaei, H.R. Abedi, *Mater. Design* 32 (2011) 2339-2344.

- [187] N. Jin, H. Zhang, Y. Han, W. Wu, J. Chen, *Mater. Charact.* 60 (2009) 530-536.
- [188] C.G. Rhodes, M.W. Mahoney, W.H. Bingel, M. Calabrese, *Scripta Mater.* 48 (2003) 1451-1455.
- [189] H.J. Frost, M.F. Ashby, *Deformation-mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics*, Pergamon Press, 1982.
- [190] *ASM Metals Handbook: Heat Treating*, vol. 4 ASM International, USA (1991).
- [191] <http://www.alu-stock.es>
- [192] P. Hidalgo, C.M. Cepeda-Jiménez, O.A. Ruano, F. Carreño, *Metall. Mater. Trans. A* 41 (2010) 758-767.
- [193] C.M. Cepeda-Jiménez, J.M. García-Infanta, E.F. Rauch, J.J. Blandin, O.A. Ruano, F. Carreño, *Metall. Mater. Trans. A* 43 (2012) 4224-4236.
- [194] C.M. Cepeda-Jiménez, J.M. García-Infanta, O.A. Ruano, F. Carreño, *J. Alloy. Compd.* 546 (2013) 253-259.
- [195] S. Sabbaghianrad, T.G. Langdon, *Mater. Sci. Eng. A* 596 (2014) 52-58.
- [196] I. Charit, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, *Scripta Mater.* 47 (2002) 631-636.
- [197] L. Karthikeyan, V.S. Senthilkumar, V. Balasubramanian, S. Natarajan; *Mater. Design* 30 (2009) 2237-2242.
- [198] G.R. Cui, Z.Y. Ma, S.X. Li, *Acta Mater.* 57 (2009) 5718-5729.
- [199] D. Yadav, R. Bauri, *Mater. Sci. Eng. A* 539 (2012) 85-92.
- [200] S.R. Ren, Z.Y. Ma, L.Q. Chen, *Scripta Mater.* 56 (2007) 69-72.

8. ÍNDICE DE FIGURAS

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1.	Producción total de aluminio primario por regiones (miles de toneladas) en el periodo Abril 1973 - Abril 2014.....	5
Figura 1.2	Producción mensual de aluminio primario por regiones en el periodo Abril 1973 - Abril 2014.....	6
Figura 1.3	Diagrama de fases de equilibrio del sistema Al-Si.....	9
Figura 1.4	Representación de la evolución del límite elástico con el año de comercialización de nuevas aleaciones de aluminio de aplicación aeroespacial [25].....	12
Figura 1.5	Apilamiento de dislocaciones en frontera de grano.....	13
Figura 1.6	Distorsión causada en la matriz por (a) un átomo de soluto de menor tamaño que los átomos de solvente y (b) su posible localización en el núcleo de una dislocación en arista. En (c) se muestra la distorsión causada en la matriz por un átomo de soluto de mayor tamaño que los átomos de solvente y (b) su posible localización en el núcleo de una dislocación en arista	13
Figura 1.7	Esquema de las etapas del tratamiento térmico de envejecimiento artificial y la localización en el diagrama de fases para cada etapa.....	14
Figura 1.8	Interacción entre una dislocación y una dispersión fina de precipitados.....	14
Figura 1.9	Evolución de la resistencia de un material endurecible por precipitación con el tiempo de envejecimiento	15
Figura 1.10	Interacción entre una distribución de partículas de segunda fase y una frontera de grano.....	16
Figura 1.11	Curva tensión-deformación (σ - ϵ) de un material real y de un material idealizado (sin endurecimiento).....	16
Figura 1.12	Esquema del procesado por HPT.....	18
Figura 1.13	Esquema del procesado por ARB con una reducción impuesta 2:1	18
Figura 1.14	Esquema de una matriz de ECAP mostrando la deformación sufrida por una muestra tras el paso a través del canal y el sistema de referencia utilizado en la presente investigación.....	19
Figura 1.15	Esquema de una matriz de ECAP vista desde el plano XY (FP) de ángulo de intersección 2ϕ con un ángulo de alivio $2\psi > 0$	20

Figura 1.16	Esquema de las diferentes rutas de procesado por ECAP: (a) ruta A, monótona, (b) ruta B _A , redundante cada número par de pasadas, (c) ruta B _C , acumulativa y (d) ruta C, redundante.....	21
Figura 1.17	Esquema descriptivo de (a) las herramientas utilizadas y (b) las fuerzas implicadas en el procesado por FSP.....	22
Figura 1.18	Esquema de las diferentes zonas formadas en el procesado por FSP y sistema de referencia utilizado en la presente investigación	23
Figura 1.19	Esquema de la evolución microestructural, la tensión σ_p y el tamaño de (sub)grano (L) con la deformación plástica (ϵ) [49]	26
Figura 1.20	Esquema de procesado superplástico mediante gas.....	28
Figura 1.21	Proceso de deslizamiento y trepado de dislocaciones a través de la red cristalina	32
Figura 1.22	Esquema de una celda cúbica de sistema de coordenadas C = {c1,c2,c3} orientada arbitrariamente en una muestra de sistema de coordenadas S = {s1,s2,s3}	36
Figura 1.23	Proyección estereográfica de los polos {100} de una celda cúbica con sistema de coordenadas S= {s1,s2,s3}. a) celda cúbica en la esfera de referencia unitaria; b) proyección de los polos {100} en el plano ecuador; c) figura de polos {100}	36
Figura 1.24	Figura de polos {111} obtenida en el plano Z correspondiente a una deformación de cizalla acorde a las flechas donde se muestran las posiciones ideales de las orientaciones predominantes dadas en la Tabla 1.5	38
Figura 1.25	Figura de polos {111} obtenida en el plano Z correspondiente a una deformación en un ECAP de ángulo $2\varphi = 90^\circ$ donde se muestran las posiciones ideales de las orientaciones predominantes dadas en la Tabla 1.5	39
Figura 2.1	Sistema de ECAP compuesto por matriz y camisa.....	47
Figura 2.2	Sistema de ECAP utilizado durante la presente investigación	47
Figura 2.3	Esquema del procedimiento seguido para realizar el paso de sucesivas probetas a través del sistema ECAP	48
Figura 2.4	Fresadora universal Lagun utilizada para el procesado por fricción batida de la aleación Al-7%Si en Naval Postgraduate School, EE.UU	49

Figura 2.5	Herramienta utilizada para el procesado por fricción batida de la aleación Al-7%Si.....	50
Figura 2.6	Procesado por fricción batida de la aleación Al-7%Si	50
Figura 2.7	Equipo MTS PDS-4 Intelligent-Stir utilizada para el procesado mediante FSP de la aleación Al 7075	51
Figura 2.8	Herramienta de procesado mediante FSP de la aleación Al 7075, morfología del hombro y el punzón y dimensiones de la misma	52
Figura 2.9	Soportes a) convencional de acero y b) cobre refrigerado mediante nitrógeno líquido utilizados para el procesado mediante FSP de la aleación Al 7075.....	53
Figura 2.10	Esquema de las etapas seguidas en el procesado por FSP: a) arranque, b) descenso e introducción de la herramienta en el material, c) desplazamiento, d) frenado y e) extracción de la herramienta	54
Figura 2.11	Esquema del mecanizado de probetas de Al-7%Si procesadas por ECAP para el estudio de la microestructura.....	55
Figura 2.12	Esquema del mecanizado de probetas de Al-7%Si procesadas por FSP para el estudio de la microestructura en el plano YZ	56
Figura 2.13	Esquema del mecanizado de probetas de Al 7075 procesadas por FSP para la evaluación de la microestructura en el plano XY	57
Figura 2.14	Zonas de observación de la microestructura de las probetas ensayadas a tracción en la presente investigación	57
Figura 2.15	(a) Formación de pares de líneas de Kikuchi y (b) diagrama de Kikuchi	59
Figura 2.16	Representación esquemática del sistema ACOM-MET [138].....	63
Figura 2.17	Proceso de (a) adquisición, (b) inversión y (c) optimización e identificación de los diagramas de difracción en la técnica ACOM-MET.....	63
Figura 2.18	Equipo de ultramicroindentacion.....	65
Figura 2.19	(a) Curva P-h típica de un ensayo de indentación (b) perfil de una indentación esquematizando los parámetros necesarios para el cálculo de dureza y módulo elástico	66
Figura 2.20	Esquema y dimensiones de las probetas de tracción utilizadas en los ensayos del material procesado por ECAP	67

Figura 2.21	Esquema de mecanizado de las probetas planas a partir de las muestras de ECAP.....	67
Figura 2.22	Esquema y dimensiones de las probetas de tracción utilizadas en los ensayos de tracción del material procesado por FSP.....	68
Figura 2.23	Esquema de mecanizado de las probetas de tracción en FSP.....	68
Figura 3.1	Curva F-d correspondiente a la primera pasada de ECAP	74
Figura 3.2	Variación de Fmax frente a N en la aleación Al-7%Si de colada (C) y la tratada térmicamente (S).....	74
Figura 3.3	Imágenes de MO mostrando (a) la microestructura de la aleación Al-7%Si de partida y (b) un detalle de la morfología del microconstituyente eutéctico	76
Figura 3.4	Imágenes de MO mostrando la distribución en el FP de los microconstituyentes de la aleación Al-7%Si procesada (a) 1p y (b) 8p por ECAP.....	76
Figura 3.5	Corte transversal de una muestra procesada a 1500 rpm y 76,2 mm/min mostrando un defecto tipo túnel por cada cordón solapado.....	77
Figura 3.6	Corte transversal de una muestra procesada a 2000 rpm y 50,8 mm/min mostrando tres zonas diferenciadas por la deformación plástica sufrida.....	77
Figura 3.7	Detalle de la zona batida en el material procesado por FSP.....	78
Figura 3.8	Micrografía MEB mostrando (a) la morfología fibrosa del silicio eutéctico y (b) microporosidad en el microconstituyente eutéctico	79
Figura 3.9	Micrografías MEB en FP mostrando la ruptura de la estructura del eutéctico y sus partículas de silicio para (a) una y (b) 8 pasadas. En (c) para una pasada y (d) para 8 se muestra el tamaño de (sub)grano, así como la presencia de pequeños precipitados de silicio en el microconstituyente primario.....	80
Figura 3.10	Evolución de la distribución de longitudes del (a) eje mayor y (b) eje menor de las partículas de silicio pertenecientes al microconstituyente eutéctico durante el procesado por ECAP	81
Figura 3.11	Evolución de la distribución de longitudes del (a) eje mayor y (b) eje menor de los (sub)granos dentro del microconstituyente primario durante el procesado por ECAP.....	81

Figura 3.12	Micrografías MEB en la zona batida mostrando (a) la ruptura y redistribución del microconstituyente eutéctico y (b) el tamaño de (sub)grano y la precipitación inducida tras el procesado por FSP.....	82
Figura 3.13	Histogramas de la distribución de longitudes del (a) eje mayor y (b) eje menor de las partículas de silicio provenientes del microconstituyente eutéctico tras el procesado por FSP de la aleación Al-7%Si	83
Figura 3.14	Histogramas de la distribución de longitudes del (a) eje mayor y (b) eje menor de los (sub)granos formados tras el procesado por FSP de la aleación Al-7%Si.....	84
Figura 3.15	Mapas de orientaciones cristalográficas y figuras de polos obtenidos en la aleación procesada por ECAP a) 1p y b)	86
Figura 3.16	Histogramas de desorientación obtenidos a partir de los mapas de EBSD para el material procesado por ECAP a) 1p y b) 8p. La línea negra representa la distribución Mackenzie, correspondiente a una distribución al azar en un sistema cúbico cristalino [145].....	86
Figura 3.17	Mapa de orientación cristalográfica y figuras de polos obtenidos en la aleación procesada por FSP.....	87
Figura 3.18	Histograma de desorientación obtenido a partir de los mapas de EBSD para el material procesado por FSP. La línea negra representa la distribución de Mackenzie, correspondiente a una distribución al azar en un sistema cúbico cristalino [145]	88
Figura 3.19	Mapas de orientaciones cristalográficas obtenidos en la aleación procesada por ECAP 1p tras los ensayos de tracción a 400°C y una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} en a) la zona deformada y b) la mordaza de la probeta de tracción.....	89
Figura 3.20	Mapas de orientaciones cristalográficas obtenidos en la aleación procesada 8p de ECAP tras los ensayos de tracción a 400°C y una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} en a) la zona deformada y b) la mordaza de la probeta de tracción.....	90
Figura 3.21	Mapas de orientaciones cristalográficas obtenidos en la aleación procesada por FSP tras los ensayos de tracción a 400°C y una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} en a) la zona deformada y b) la mordaza de la probeta de tracción.....	91

Figura 3.22	Curvas de tracción a 10^{-2} s^{-1} y diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al-7%Si de partida.....	92
Figura 3.23	Curvas de tracción a 10^{-2} s^{-1} y diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al-7%Si procesada por ECAP 1, 4 y 8 pasadas.....	94
Figura 3.24	Aspecto de las probetas de tracción antes y después de ser ensayadas a una velocidad inicial de 10^{-2} s^{-1} a diferentes temperaturas de la aleación Al-7%Si procesada por ECAP 1p.....	95
Figura 3.25	Curvas de tracción a una velocidad inicial de 10^{-2} s^{-1} y diferentes temperaturas de ensayo del material procesado por FSP.....	96
Figura 3.26	Curva de tracción con cambios en la velocidad de deformación a 450°C de la aleación Al-7%Si procesada por FSP.....	97
Figura 3.27	Representación en doble escala logarítmica de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ del material de partida a diferentes temperaturas de ensayo.....	98
Figura 3.28	Representación en doble escala logarítmica de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ del material procesado 1, 4 y 8 pasadas de ECAP extraídos de los ensayos con cambios en la velocidad de deformación a diferentes temperaturas.....	99
Figura 3.29	Representación en doble escala logarítmica de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ del material procesado por FSP y ensayado a diferentes temperaturas.....	101
Figura 3.30	Diagrama de fases Al-Si mostrando, a) para la composición del 7%, el descenso de temperatura durante la colada y b) detalle hasta el 5% en Si.....	106
Figura 3.31	Representación de los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el aluminio puro [160] y para la aleación Al-7%Si de partida.....	113
Figura 3.32	Representación de los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el aluminio puro [160], la aleación Al-7%Si de partida y la aleación procesada 1, 4 y 8 pasadas de ECAP respectivamente.....	115
Figura 3.33	Representación de los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el aluminio puro [160], la aleación Al-7%Si de partida y la aleación procesada por FSP.....	116
Figura 3.34	Representación de los valores de σ_y (a) y σ_{\max} (b) frente a la temperatura para la aleación de partida y procesada por ECAP y FSP.....	119
Figura 3.35	Esquema de la evolución de λ_p en función del procesado y los posteriores ensayos de tracción realizados en la Al-7%Si en la presente investigación.....	121

Figura 3.36	Representación de la relación experimental Q_{ap}/n_{ap} frente a T para el material 8p a 10^{-2} y 10^{-4} s ⁻¹ . La línea punteada representa el valor teórico de $Q/n = Q_R/8$ para el mecanismo de deformación por movimiento de dislocaciones a subestructura constante 123
Figura 4.1	Radiografías de cordones procesados en las condiciones a) C07r10v-T6 y b) A05r10v-O..... 131
Figura 4.2	Esquema para la determinación del espaciado entre bandas o pitch en cordones procesados por FSP 132
Figura 4.3	Aspecto superficial del procesado por FSP en chapas de 7075-O utilizando las cuatro condiciones de procesado propuestas sobre los dos tipos de soporte estudiados 133
Figura 4.4	Micrografías MO de la aleación Al 7075 en los tres estados de precipitación de partida mostrando el tamaño de grano inicial y las partículas constituyentes..... 134
Figura 4.5	Micrografías TEM de la aleación Al 7075 en los tres estados de precipitación de partida mostrando las diferencias en la concentración de dispersoides..... 134
Figura 4.6	Micrografía TEM de la aleación 7075-T6 mostrando los finos precipitados endurecedores..... 135
Figura 4.7	Corte transversal de un cordón procesado por FSP en la condición A10r05v-T6..... 136
Figura 4.8	Micrografías MET mostrando la microestructura en la zona batida de la aleación 7075-O procesada por FSP. (IC en orden decreciente de arriba abajo, ver Tabla 4.1)..... 138
Figura 4.9	Micrografías MET mostrando la microestructura en la zona batida de la aleación 7075-T6 procesada por FSP 139
Figura 4.10	Micrografías MET mostrando la microestructura en la zona batida de la aleación 7075-S procesada por FSP 140
Figura 4.11	Micrografías MET de la zona batida tras el procesado por FSP mostrando precipitados de tamaño menor a 50 nm (señalados con flechas) en el interior de granos para las condiciones a) A10r05v-O, b) A07r10v-S y c) A10r10v-T6 141
Figura 4.12	Micrografías MET de la zona batida tras el procesado por FSP mostrando a) precipitados en el interior y las fronteras de granos, así

	como su interacción con dislocaciones para la condición A10r05v-T6 y b) granos cuyo interior se encuentra libre de dislocaciones en la condición C07r10v-O.....	141
Figura 4.13	Histogramas de medidas del diámetro de Feret (D_F) obtenidos a partir del análisis de imagen de micrografías MET en los procesados a) A10r10v-O, A10r10v-T6 y A10r10v-S y b) C10r10v-O, C10r10v-T6 y C10r10v-S.....	143
Figura 4.14	Histogramas de medidas del diámetro de Feret (D_F) obtenidos a partir del análisis de imagen de micrografías MET en los procesados a) A14r05v-O, A10r05v-O, A10r10v-O y A07r10v-O y b) C14r05v-O, C10r05v-O, C10r10v-O y C07r10v-O.....	143
Figura 4.15	Histogramas de medidas de la relación de aspecto (RA) obtenidos a partir del análisis de imagen de micrografías MET en los procesados a) A10r10v-O, A10r10v-T6 y A10r10v-S y b) C10r10v-O, C10r10v-T6 y C10r10v-S	144
Figura 4.16	Histogramas de medidas de la relación de aspecto (RA) obtenidos a partir del análisis de imagen de micrografías MET en los procesados a) A14r05v-O, A10r05v-O, A10r10v-O y A07r10v-O y b) C14r05v-O, C10r05v-O, C10r10v-O y C07r10v-O.....	144
Figura 4.17	Mapas de orientaciones cristalográficas (OIM) obtenidos mediante EBSD para los procesados: a) A14r05v-O, b) C14r05v-O, c) A10r05v-O y d) C10r05v-O	147
Figura 4.18	Figuras de polos {111} obtenidas de los mapas EBSD para los procesados: a) A14r05v-O, b) C14r05v-O, c) A10r05v-O y d) C10r05v-O.....	148
Figura 4.19	Histogramas de desorientación obtenidos de los mapas EBSD para los procesados: a) A14r05v-O, b) C14r05v-O, c) A10r05v-O y d) C10r05v-O. La línea negra representa la distribución Mackenzie, correspondiente a una distribución al azar en un sistema cúbico cristalino [145].....	148
Figura 4.20	Mapas de orientaciones cristalográficas (OIM) obtenidos mediante la técnica ACOM-MET para los procesados: a) A14r05v-O, b) C14r05v-O, c) A10r05v-O, d) C10r05v-O, e) A10r10v-O, f) C10r10v-O, g) A07r10v-O, h) C07r10v-O	151

Figura 4.21	Histogramas de desorientación obtenidos de los mapas ACOM-MET para los procesados: a) A14r05v-O, b) C14r05v-O, c) A10r05v-O, d) C10r05v-O, e) A10r10v-O, f) C10r10v-O, g) A07r10v-O, h) C07r10v-O. La línea negra representa la distribución Mackenzie, correspondiente a una distribución al azar en un sistema cúbico cristalino [145].....	152
Figura 4.22	Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 14r05v-O.....	154
Figura 4.23	Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 10r05v-O.....	155
Figura 4.24	Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 10r10v-O.....	156
Figura 4.25	Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 07r10v-O.....	157
Figura 4.26	Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 14r05v-T6.....	158
Figura 4.27	Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 10r05v-T6.....	159
Figura 4.28	Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 10r10v-T6.....	160

Figura 4.29	Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 07r10v-T6.....	161
Figura 4.30	Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 14r05v-S	162
Figura 4.31	Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 10r05v-S	163
Figura 4.32	Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 10r10v-S	164
Figura 4.33	Micrografías MEB de la superficie de probetas de tracción tras los ensayos a una velocidad de deformación inicial equivalente a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas, correspondientes a la condición de procesado 07r10v-S	165
Figura 4.34	Perfiles de dureza obtenidos en la aleación 7075-O en todas las condiciones de procesado contempladas en la presente investigación	167
Figura 4.35	Perfiles de dureza obtenidos en la condición de procesado 10r10v utilizando ambos soportes en los tres estados de precipitación de la aleación 7075.....	168
Figura 4.36	Curvas de tracción a una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} y diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 7075 en los tres estados de precipitación de partida estudiados	169
Figura 4.37	Representación en doble escala logarítmica de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 7075 en los tres estados de precipitación de partida.....	171
Figura 4.38	Curvas de tracción a velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} y diferentes temperaturas de ensayo de la aleación 7075-O procesada por FSP	174

Figura 4.39	Curvas de tracción a velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} y diferentes temperaturas de ensayo de la aleación 7075-T6 procesada por FSP	175
Figura 4.40	Curvas de tracción a velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} y diferentes temperaturas de ensayo de la aleación 7075-S procesada por FSP	176
Figura 4.41	Aspecto de las probetas de tracción tras los ensayos a velocidad de deformación inicial 10^{-2} s^{-1} a las distintas temperaturas de ensayo para las condiciones C10r05v-O, A07r10v-T6 y C14r05v-S. Para cada temperatura se acompaña el valor del alargamiento alcanzado (e_F)	180
Figura 4.42	Representación en doble escala logarítmica de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación 7075-O procesada por FSP	183
Figura 4.43	Representación en doble escala logarítmica de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación 7075-T6 procesada por FSP	184
Figura 4.44	Representación en doble escala logarítmica de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación 7075-S procesada por FSP	185
Figura 4.45	Esquema de la influencia de los precipitados endurecedores en la dureza de los tres materiales estudiados en sus estados de partida y tras el procesado por FSP	194
Figura 4.46	Representación del diámetro de Feret obtenido mediante el análisis de micrografías MET frente al IC en las tres aleaciones procesadas por FSP	195
Figura 4.47	Representación frente al IC de a) diámetro de Feret y b) desorientación media obtenidos mediante las diferentes técnicas experimentales utilizadas para la aleación 7075-O procesada por FSP.....	197
Figura 4.48	Representación de los valores de desorientación media frente al diámetro de Feret obtenidos mediante la técnica ACOM-MET en la aleación 7075-O procesada por FSP.....	198
Figura 4.49	Esquema del aspecto de curvas σ - ϵ en función de Z (o IC) y el mecanismo de formación de la microestructura implicado	200

Figura 4.50	Etapas de la restauración dinámica: a) generación de dislocaciones, b) formación de celdas c) aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas, e) formación de subgranos y e) crecimiento o restauración extendida [171].....	201
Figura 4.51	Flujo tridimensional complejo producido por la herramienta de FSP que combina desplazamiento del material a) desde el lado de avance al de retroceso, b) desde arriba a abajo gracias al confinamiento del hombro y c) en espiral debido a las canaladuras	203
Figura 4.52	Representación de los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el aluminio puro [160] y para los tres estados de precipitación de la aleación Al 7075 de partida.....	207
Figura 4.53	Representación de los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el aluminio puro [160], la aleación 7075-O de partida y tras el procesado por FSP	209
Figura 4.54	Representación de los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el aluminio puro [160], la aleación 7075-T6 de partida y tras el procesado por FSP.....	210
Figura 4.55	Representación de los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el aluminio puro [160], la aleación 7075-S de partida y tras el procesado por FSP.....	211
Figura 4.56	Alargamiento a fractura frente a la temperatura de ensayo para los tres materiales procesados por FSP y ensayados a una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1}	212
Figura 4.57	Tensión de fluencia (σ_{\max}) frente a la temperatura de ensayo para los tres materiales procesados por FSP y ensayados a una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1}	214
Figura 4.58	Exponente de la tensión aparente a 10^{-2} s^{-1} frente a la temperatura de los ensayos con cambios en la velocidad de deformación para los tres estados de precipitación de la aleación Al 7075 procesados por FSP	216
Figura 4.59	Exponente de la tensión aparente a 10^{-4} s^{-1} frente a la temperatura a partir de los ensayos con cambios en la velocidad de deformación para los tres estados de precipitación de la aleación Al 7075 procesados por FSP	217
Figura 4.60	Valores de la energía de activación aparente a 10^{-2} s^{-1} frente a la temperatura obtenidos de los ensayos con cambios en la velocidad de deformación para los tres estados de precipitación de la aleación Al 7075 procesados por FSP	219

Figura 4.61	Valores de la energía de activación aparente a 10^{-4} s^{-1} frente a la temperatura obtenidos de los ensayos con cambios en la velocidad de deformación para los tres estados de precipitación de la aleación Al 7075 procesados por FSP 220
Figura 4.62	Representación los valores de velocidad de deformación compensada por el tamaño de grano y la difusión como función de la tensión compensada por el módulo elástico para diversos materiales cuando el mecanismo de DFG está controlado por la difusión en la red. La línea punteada roja es la representación gráfica de la Ecuación 4.8..... 222
Figura 4.63	Curvas de tracción a una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} en el rango de temperaturas 300-400 °C para las condiciones de procesado por FSP A10r05v-T6 y C10r05v-T6. Se indica el valor de límite elástico ($\sigma_{0.2}$) y de tensión máxima (σ_{max}) en las curvas con una mayor diferencia entre ambos valores 223
Figura 4.64	Representación de la razón T/T_m frente al IC observada en la soldadura mediante FSW de chapas de 6,35 mm de espesor de diversas aleaciones de aluminio. Se designan como procesos fríos aquellos situados en IC bajos, mientras que los situados en IC altos se designan como calientes [167, 168]. La región marcada en verde corresponde al intervalo de IC utilizado en la presente investigación..... 227

9. ÍNDICE DE TABLAS

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1	Familias de aleaciones de aluminio de colada.....	7
Tabla 1.2	Familias de aleaciones de aluminio de forja.....	7
Tabla 1.3	Designación del estado de aleaciones de aluminio.....	8
Tabla 1.4	Ecuaciones constitutivas de los mecanismos de deformación a elevada temperatura para materiales policristalinos	34
Tabla 1.5	Componentes predominantes en la textura por deformación de cizalla en metales CCC. Los índices de Miller indican el plano {hkl} que es paralelo al plano de cizalla y la dirección <uvw> que es paralela a la dirección de cizalla. Para cada componente además se indica el color utilizado en su representación en la Figura 1.24.....	37
Tabla 2.1	Composición química de la aleación Al 7075 suministrada (% masa).....	45
Tabla 2.2	Composición nominal de la superaleación MP159 utilizada en la herramienta de procesado por FSP en la aleación Al 7075	52
Tabla 2.3	Condiciones de procesado utilizadas en la aleación Al7075 procesada por FSP	55
Tabla 3.1	Valores de los ejes mayor y menor de las partículas de silicio pertenecientes al microconstituyente eutéctico a partir del análisis de imagen de micrografías MEB. Se proporciona la media geométrica de las medidas, μ_g , y el intervalo de confianza correspondiente a una distribución lognormal $[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$	81
Tabla 3.2	Valores de los ejes mayor y menor de los (sub)granos dentro del microconstituyente primario a partir del análisis de imagen de micrografías MEB. Se proporciona la media geométrica de las medidas, μ_g , y el intervalo de confianza correspondiente a una distribución lognormal $[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$	82
Tabla 3.3	Valores de los ejes mayor y menor de las partículas de silicio, provenientes del microconstituyente eutéctico tras el procesado por FSP, a partir del análisis de imagen de micrografías MEB. Se proporciona la media geométrica de las medidas, μ_g , y el intervalo de confianza correspondiente a una distribución lognormal $[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$	83
Tabla 3.4	Valores de los ejes mayor y menor de los (sub)granos formados en el microconstituyente primario tras el procesado por FSP a partir del	

	análisis de imagen de micrografías MEB. Se proporciona la media aritmética de las medidas, μ_a , y el intervalo de confianza correspondiente a una distribución normal $[\mu_a - \sigma_a - \mu_a + \sigma_a]$ 84
Tabla 3.5	Parámetros mecánicos extraídos de las curvas de tracción a 10^{-2} s^{-1} y distintas temperaturas de ensayo para la aleación Al-7%Si de partida..... 93
Tabla 3.6	Parámetros mecánicos extraídos de las curvas de tracción a 10^{-2} s^{-1} y distintas temperaturas de ensayo para el material C procesado a 1, 4 y 8 pasadas..... 94
Tabla 3.7	Parámetros mecánicos extraídos de las curvas de tracción a una velocidad inicial de 10^{-2} s^{-1} y distintas temperaturas de ensayo para el material procesado por FSP..... 96
Tabla 3.8	Exponentes de la tensión aparentes (n_{ap}) y energías de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-2}}$) y 10^{-4} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-4}}$), así como sus medias $\langle Q_{ap}^{10^{-2}} \rangle$ y $\langle Q_{ap}^{10^{-4}} \rangle$, para el material de partida a diferentes temperaturas de ensayo..... 98
Tabla 3.9	Exponentes de la tensión aparentes a 10^{-2} s^{-1} ($n_{ap}^{10^{-2}}$) y 10^{-4} s^{-1} ($n_{ap}^{10^{-4}}$) y energías de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-2}}$) y 10^{-4} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-4}}$) junto con sus valores medios, $\langle Q_{ap}^{10^{-2}} \rangle$ y $\langle Q_{ap}^{10^{-4}} \rangle$, del material procesado 1, 4 y 8 pasadas de ECAP y ensayado a diferentes temperaturas 100
Tabla 3.10	Exponentes de la tensión aparentes a 10^{-2} s^{-1} ($n_{ap}^{10^{-2}}$) y 10^{-4} s^{-1} ($n_{ap}^{10^{-4}}$) y energías de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-2}}$) y 10^{-4} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-4}}$) junto con sus valores medios, $\langle Q_{ap}^{10^{-2}} \rangle$ y $\langle Q_{ap}^{10^{-4}} \rangle$, del material por FSP y ensayado a diferentes temperaturas 101
Tabla 4.1	Parámetros de procesado por FSP utilizados en la aleación Al 7075 131
Tabla 4.2	Espaciado entre bandas teórico (P) y aparente (P_{ap}) a partir de los parámetros de procesado por FSP utilizados en la aleación Al 7075 132
Tabla 4.3	Valores de eje menor (d), eje mayor (D), diámetro de Feret (D_F) y relación de aspecto (RA) extraídos del análisis de imagen. Los valores de d, D y D_F corresponden a la media geométrica μ_g junto con el intervalo de confianza correspondiente a una distribución lognormal ($\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g$). El valor de RA mostrado es la media aritmética (μ_a) acompañado de el intervalo de confianza correspondiente ($\pm\sigma_a$) 145

Tabla 4.4	Diámetro de Feret (D_F) y relación de aspecto (RA) obtenidos mediante la técnica ACOM-MET. En el caso de D_F se proporcionan las medias geométricas junto a los intervalos de confianza correspondientes a una distribución lognormal μ_g/σ_g — $\mu_g\sigma_g$, mientras que para RA se muestra la media aritmética (μ_a) junto con el intervalo de confianza correspondiente a una distribución normal ($\pm\sigma_a$).....	150
Tabla 4.5	Dureza de la aleación en los tres estados de precipitación de la aleación Al 7075 de partida.....	166
Tabla 4.6	Límite elástico ($\sigma_{0.2}$), resistencia máxima (σ_{max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_F) a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 7075 en los tres estados de precipitación de partida estudiados	170
Tabla 4.7	Exponentes de la tensión aparentes a $10^{-2} s^{-1}$, $10^{-4} s^{-1}$ y mínimos, y energías de activación aparentes a $10^{-2} s^{-1}$ y $10^{-4} s^{-1}$ a diferentes temperaturas de ensayo para la aleación Al 7075 en los tres estados de precipitación de partida. Los valores de n_{ap}^{min} se acompañan, entre paréntesis, de la velocidad de deformación a la que fueron registrados.....	172
Tabla 4.8	Límite elástico ($\sigma_{0.2}$), resistencia máxima (σ_{max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_F) a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 7075-O procesada por FSP y ensayada en tracción a $10^{-2} s^{-1}$	177
Tabla 4.9	Límite elástico ($\sigma_{0.2}$), resistencia máxima (σ_{max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_F) a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 7075-T6 procesada por FSP y ensayada en tracción a $10^{-2} s^{-1}$	178
Tabla 4.10	Límite elástico ($\sigma_{0.2}$), resistencia máxima (σ_{max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_F) a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 7075-S procesada por FSP y ensayada en tracción a $10^{-2} s^{-1}$	179
Tabla 4.11	Exponentes de la tensión aparentes a $10^{-2} s^{-1}$, $10^{-4} s^{-1}$ y mínimos y energías de activación aparentes a $10^{-2} s^{-1}$, $10^{-4} s^{-1}$ a diferentes temperaturas de ensayo para la aleación Al 7075-O procesada por FSP. Al lado de cada valor de n_{ap}^{min} se muestra, entre paréntesis, la velocidad de deformación a la que fue registrado	186

Tabla 4.12	Exponentes de la tensión aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} y mínimos y energías de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} a diferentes temperaturas de ensayo para la aleación Al 7075-T6 procesada por FSP. Al lado de cada valor de n_{ap}^{\min} se muestra, entre paréntesis, la velocidad de deformación a la que fue registrado 187
Tabla 4.13	Exponentes de la tensión aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} y mínimos y energías de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} a diferentes temperaturas de ensayo para la aleación Al 7075-S procesada por FSP. Al lado de cada valor de n_{ap}^{\min} se muestra, entre paréntesis, la velocidad de deformación a la que fue registrado 188
Tabla 4.14	Parámetros de soldadura por FSW y límite elástico de la aleación Al 6161-T651 [200]..... 228

10. ABSTRACT

Optimization of the mechanical properties of the aluminum alloys Al-7 wt%Si and Al 7075 by severe plastic deformation: friction stir processing (FSP) and equal channel angular pressing (ECAP)

1. Introduction

Severe plastic deformation (SPD) is a generic term describing a group of metalworking techniques involving very large strains which are imposed without introducing any significant changes in the overall dimensions of the specimen or work-piece to obtain ultrafine or nanostructured microstructures. A further defining feature of SPD techniques is that the preservation of shape is achieved due to special tool geometries which prevent the free flow of material and therefore produce a significant hydrostatic pressure. This preservation of shape permits the process to be applied repeatedly to impose exceptionally high strains. The combination of a high hydrostatic pressure and large shear strains is essential for producing high densities of crystal lattice defects, particularly dislocations, which can result in significant refining of the grains. The ultrafine-grained (UFG) materials obtained usually contain a high fraction of grain boundaries having high angles of misorientation.

2. Objectives

This research aims technological and scientific objectives in two aluminum alloys processed by SPD. On one hand, a Na-modified cast Al-7wt%Si alloy was subjected to equal channel angular pressing (ECAP) and friction stir processing (FSP). The main technological objective consists in improving the mechanical properties, both strength and ductility, at intermediate-high temperatures, becoming the processed Al-7wt%Si alloy a candidate for more demanding applications, by obtaining an UFG microstructure. Scientifically, to determine the precise operative creep mechanisms, that remain nowadays unclear at these temperatures. Moreover, the influence of the microstructural parameters, such as the thermal stability of the fine Si precipitates coming from the supersaturated solid solution, will be established.

On the other hand, the aeronautical Al 7075 alloy, in three initial precipitation states, was subjected to FSP. The main technologic objective consist in obtaining a superplastic behavior at lower temperatures and higher strain rates than usual in the commercial superplastic forming for this alloy by increasing the severity of the FSP processing. From the scientific point of view, the microstructure formation during FSP as well as the creep mechanisms and the influence that processing and microstructural parameters have on them will be determined.

3. Results and Discussion

3.1. Al-7wt%Si

After processing the as-cast Al-7wt%Si alloy using a 90° ECAP die at room temperature and FSP at 2000rpm and 50.8 mm/min the microstructure was examined by SEM and EBSD. Table 1 shows the main microstructural parameters extracted from the analysis of the micrographs: (sub)grain minor axis length (d), mean misorientation ($\bar{\delta}$) and HABs fraction (f_{HABs}). ECAP processing achieves finer microstructures than FSP but less misoriented. It is also remarkable the presence of fine Si precipitates, coming from the supersaturated solid solution, that precipitate during the processing and aid in the formation of the fine (sub)grain structure.

Table 1. Main microstructural parameters extracted from the processed Al-7wt%Si alloy

	ECAP		FSP
	1p	8p	
d , nm	244	213	1255
$\bar{\delta}$, (°)	5	34	36
f_{HABs} (%)	30	74	76

The intermediate-high temperature mechanical properties were evaluated by means of constant cross-head speed (0.065 mm s^{-1} , equivalent to an initial strain rate of 10^{-2} s^{-1}) and strain-rate-change (SRC) tensile tests (from 10^{-1} to 10^{-5} s^{-1}) at the temperature range 200-450 °C. The low strength and poor ductility response of the as-cast Al-7wt%Si alloy were improved after processing. ECAP 1p leads to a higher strength material than ECAP 8p and FSP. Nevertheless, ECAP 8p and FSP increased the ductility and especially the work of fracture, finding work of fracture values 5 times greater than in ECAP 1p and the as-cast alloy. Attending to the creep mechanism, the analysis from the SRC tests revealed that constant substructure creep mechanism

operates in the studied temperature range, characterized by the formation of a (sub)grain size determined by the interparticle distance (λ_p). Variations in the mechanism parameters (apparent stress exponent, n_{ap} , and apparent activation energy, Q_{ap}) were rationalized with variations in λ_p values during the test, associated to the thermal instability of the fine Si precipitates. Equations for the analytical prediction of $n_{ap}=n_{ap}(\lambda_p)$ and $Q_{ap}=Q_{ap}(\lambda_p)$ were proposed.

3.2. Al 7075

The Al 7075 alloy, in the as received state of precipitation (7075-T6), was thermally treated to obtain two additional states of precipitation: overaged (7075-O) and solutionized (7075-S). The three materials were subjected to FSP using different processing conditions and two backing anvils: a conventional one (A) and a liquid nitrogen refrigerated backing anvil (C). The processing conditions, ω (rpm) and V (mm/min), were selected to decrease the heat index ($IC=\omega^2/V$) values as much as possible. A decrease in the IC implies an increase in the FSP severity, thus achieving much finer microstructures. The results from the TEM, EBSD and ACOM-TEM micrographs revealed maximum grain sizes (D_F) of $\sim 1 \mu m$ and maximum misorientations (δ) of $\sim 40^\circ$, at the higher IC and using the conventional backing anvil (Figure 1a), and minimum $D_F \sim 215 \text{ nm}$ and $\delta \sim 31^\circ$, at the lower IC and processing over the refrigerated backing anvil (Figure 1b). Figure 1c shows the relation between δ and D_F found for all the processing conditions. Two zones can be distinguished in Figure 1: in zone 1 a relation of increasing δ values with increasing D_F is found, while in zone 2 the values of δ are constant and about 40° , close to the theoretical mean misorientation value for a random distribution in a cubic crystalline system. Zone 1 corresponds to a microstructure formation by means of dynamic recovery (DRV), while in Zone 2 the microstructure suffers cycles of continuous dynamic recrystallization (DRX) with hardening stages.

Attending to the fine hardening precipitates, ultramicroindentation measurements revealed that the distance between them, hence their size, is affected by the temperature and strain during FSP processing. Due to their thermal instability, their influence on the mechanical properties decreases with increasing testing temperature.

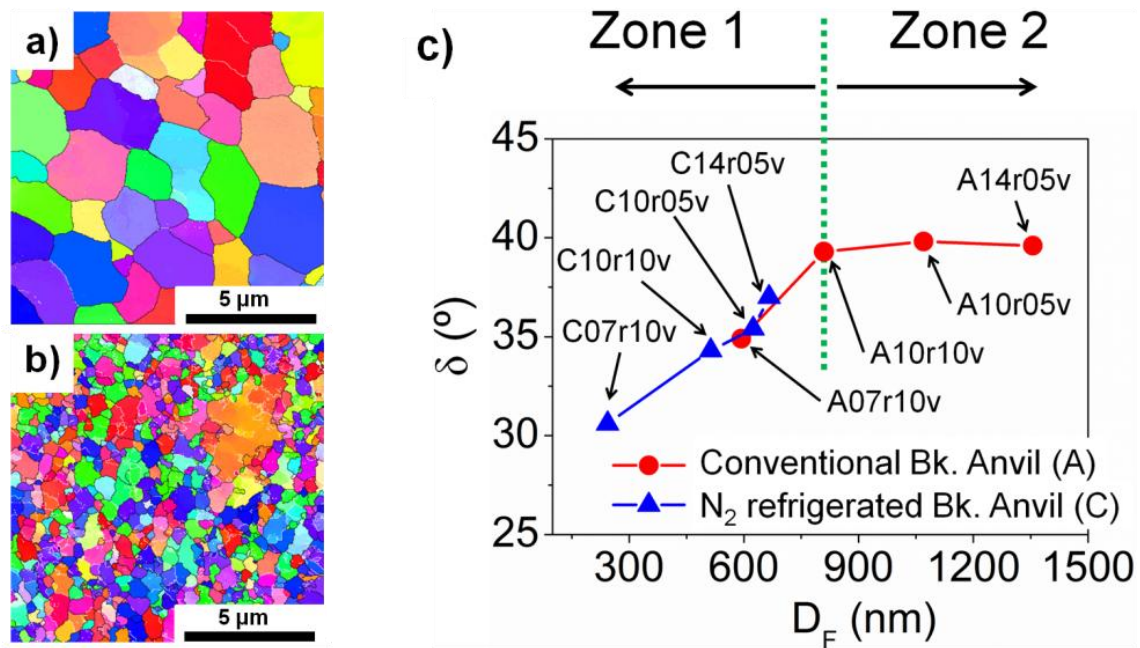


Figure 1. ACOM-TEM orientation imaging maps for a) A14r05v-O and b) C07r10v-O and c) mean misorientation (δ) vs. Feret diameter (D_F) obtained from the ACOM-TEM data in the FSPed 7075-O alloy.

Constant cross-head speed (0.065 mm s^{-1} , equivalent to an initial strain rate of 10^{-2} s^{-1}) tensile tests at the temperature range 200-450 °C revealed low flow-stresses and extraordinary elongations to failure (e_F). Maximum e_F values were 542 % at 350 °C for A07r10v-T6, 546% at 300 °C for C10r05v-O and 610% at 350 °C for C14r05v-S. In addition it is worth to emphasize the high e_F values at such a low temperature of 250 °C and at such high initial strain rate of 10^{-2} s^{-1} of 242, 271 and 353 % for the conditions C10r05v-O, C10r05v-T6 and C07r10v-S, respectively. The temperature window where extremely high elongations were found was ~ 100 °C in width for those conditions processed over the conventional backing anvil and ~ 150 °C for those processed over the refrigerated backing anvil, which present smaller grain sizes.

Strain-rate-change (SRC) tests (from 10^{-1} to 10^{-5} s^{-1}) at the temperature range 200-450 °C revealed the presence of values of $n_{ap} \sim 2$ and $Q_{ap} \sim 142 \text{ kJ/mol}$ in those temperatures where high e_F values were founded. Those n_{ap} and Q_{ap} values, together with the high elongations and low flow stresses observed revealed that the grain boundary sliding (GBS) mechanism is operative in a wide range of temperatures. The GBS operation was confirmed by SEM micrographs revealing a topography where

individual or group of grains emerge from the interior of the sample and slide between them. In addition, better superplastic behavior at lower temperatures and higher strain rates than usual was found in the finer microstructures, demonstrating the relation of the superplastic response with grain size, as the GBS constitutive equation predicts. Out of the temperature and strain rate window where GBS is operating, the constant substructure creep mechanism took place.

Concluding the FSP study in the Al 7075 alloy, a validation of the IC as a parameter that relates the processing conditions with the obtained microstructure and the mechanical response was performed. Most of the studies found in the bibliography were performed within *hot* (not severe) processing conditions, obtaining coarse grain sizes and superplastic responses at high temperatures and low strain rates. It was demonstrated that the fully functional applicability of the IC is in the region of *cold* (severe) processing conditions, where this research took place and where FSP behaves as a truly SPD technique, obtaining ultra fine grain microstructures.

4. Conclusions

4.1. Al-7wt%Si

- Ultrafine microstructures (~210 nm) were obtained by ECAP processing while coarser microstructures (~1.2 μm) were found after FSP.
- Strain-induced fine Si precipitation, coming from the supersaturated solid solution, took place during processing, favouring the formation of the fine microstructure.
- 1 ECAP pass leads to a more resistant material than for 8 ECAP passes and FSP materials; however, 8 ECAP passes and FSP increased the ductility and the work of fracture of the material.
- Attending to the creep mechanism, the analysis from the SRC tests revealed that constant substructure creep mechanism operates in the studied temperature range. Variations in $n_{\text{ap}}=n_{\text{ap}}(\lambda_{\text{p}})$ and $Q_{\text{ap}}=Q_{\text{ap}}(\lambda_{\text{p}})$ due to coarsening of the fine Si precipitates were analytically predicted.

4.2. Al 7075

- Ultrafine grain sizes ($\sim 0.2\text{-}1\ \mu\text{m}$) and high misorientations ($\sim 30\text{-}40^\circ$) were obtained in the FSPed Al 7075 after imposing the highest achievable severity by controlling processing conditions: ω , V and the temperature of the backing anvil.
- The microstructure formation was attributed mainly to DRV at the lower IC values and using the refrigerated backing anvil (Zone 1, severe), while at the higher IC values and using the conventional backing anvil (Zone 2) the microstructure is developed by cycles of DRX-hardening.
- Tensile testing revealed high strain rate superplasticity, with maximum elongations $e_F > 540\%$ and wide temperature windows where $e_F > 200\%$ at $10^{-2}\ \text{s}^{-1}$. GBS was the operative deformation mechanism in those temperature ranges showing very high elongations. The optimum processing condition was C10r05v-O, in Zone 1.
- The validation of the IC as a suitable parameter relating the processing conditions with the obtained microstructure and the mechanical response was assessed.

Datos de contacto / Contact info:

Alberto Orozco Caballero

aorozcocaballero@gmail.com

aorozco@cenim.csic.es

ID de autor / Author ID:

A. Orozco-Caballero

Scopus:<http://www.scopus.com/authid/detail.url?origin=resultslist&authorId=55745401200>**Research Gate:**https://www.researchgate.net/profile/Alberto_Orozco-Caballero**ORCID:**<http://orcid.org/0000-0001-9518-8816>**Google Scholar:**http://scholar.google.es/citations?user=u_ifLqYAAAAJ&hl=es